

Verformungseigenschaften,
Werkstoffversagen und Gefüge der
Nickelbasis-Gußlegierung IN 100
unter Kriechbedingungen

von

Franz Kloucek

Erlangen 1984

1984 № 4 14

Verformungseigenschaften, Werkstoffversagen und Gefüge der Nickelbasis-Gußlegierung IN 100 unter Kriechbedingungen

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen - Nürnberg
zur Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur

vorgelegt von
Franz Kloucek

Erlangen 1984

Als Dissertation genehmigt vom Fachbereich
Ingenieurwissenschaften der Universität
Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung: 11.5.1984

Tag der Promotion : 25.7.1984

Dekan : Prof. Dipl.-Ing. G. Vetter

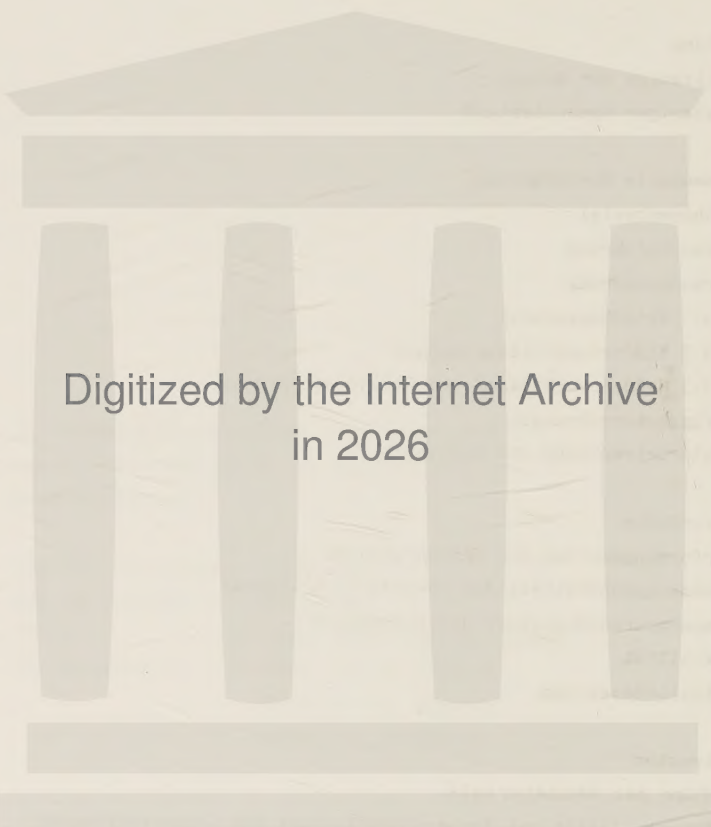
Berichterstatter : Prof. Dr. B. Ilchner

Prof. Dr. H. Mughrabi

Prof. Dr. U. Rösler

INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. Einleitung	1
1.1 Motivation der Arbeit	1
1.2 Bisheriger Kenntnisstand	2
2. Experimentelle Durchführung	4
2.1 Probenmaterial	4
2.2 Versuchsführung	8
2.3 Versuchstechnik	11
2.3.1 Kriechapparatur	11
2.3.2 Rißfortschrittsmessungen	15
2.3.3 Meßdatenerfassung und Datenverarbeitung	22
2.4 Gefügeuntersuchungen	24
2.5 Fehlerbetrachtung und Statistik	25
3. Kriechversuche	27
3.1 Verformungskurven der Kriechversuche	27
3.2 Spannungsabhängigkeit des sekundären Kriechens	36
3.3 Temperaturabhängigkeit der Kriechrate	44
3.4 Duktilität	48
3.5 Zeitstanddiagramm	51
4. Mikrostruktur	58
4.1 Gefüge des Neumaterials	58
4.2 Gefügestabilität bei Temperaturbelastung und Kriechverformung	63
4.3 Regeneration der Festigkeitseigenschaften	77
4.4 Verformungsmechanismen	79
4.4.1 Versetzungskriechen	79
4.4.2 Korngrenzengleiten	86
4.4.3 Ursachen für die Instabilität der sekundären Kriechrate bei hohen Temperaturen	88



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546217_0024

	Seite
5. Werkstoffversagen	94
5.1 Kriechbruch von glatten Zugproben	94
5.1.1 Einfluß von Gußfehlern	95
5.1.2 Einfluß von Wärmebehandlungen	99
5.1.3 Hohlraumentstehung	100
5.1.4 Hohlraumwachstum	103
5.1.5 Einfluß von Probenoberfläche und Versuchsatmosphäre	106
5.2 Rißwachstum in gekerbten Proben	111
5.2.1 Kurzer Abriss der theoretischen Ansätze zum Rißfortschritt durch Kriechverformung	111
5.2.2 Ergebnisse der Rißfortschrittmessungen	115
5.2.3 Kriechversuche mit gekerbten Rundzugproben	125
6. Quantitative Beschreibung der Kriechverformung	127
6.1 Extrapolation und Interpolation von Zeitstanddaten	127
6.2 Näherungsgleichung für die experimentell bestimmten Kriechkurven	135
7. Zusammenfassung	143
8. Anhang	146
8.1 Grenzflächenenergie zwischen γ -Matrix und γ' -Phase	146
8.2. Elastische Konstanten	151
9. Nomenklatur	153
10. Literatur	156

1. Einleitung

1.1 Motivation der Arbeit

Die Laufschaufeln der Turbinenstufen tragen maßgeblich zu Wirkungsgrad, Leistungsdichte und Zuverlässigkeit eines Flugtriebwerks bei. Der Schaufelwerkstoff wird durch Fliehkräfte, Biegeschwingungen des Schaufelblatts und inhomogene, wechselnde Temperaturverteilungen beansprucht. Die Ursachen für ein Werkstoffversagen können unter diesen Betriebsbedingungen vielfältig sein. Neben thermischer Ermüdung, LCF, HCF, Heißgaskorrosion und stoßartiger Belastung durch Fremdkörper ist die Verformung durch Kriechen von besonderer Bedeutung. Typische Schadensfälle an Turbinenschaufeln bei diesen Belastungsfällen stellte Elsner /1/ vor. Für die spezifischen Anforderungen der Flugzeugturbinen wurde eine eigene Werkstoffgruppe der Nickelbasislegierungen entwickelt, die sich durch zwei Merkmale auszeichnet: Die hochfesten Schaufelwerkstoffe enthalten etwa 50 % Volumenanteil der härtenden γ' -Phase und sie werden im Gußverfahren verarbeitet.

In vorliegender Arbeit wurde die Schaufellegierung IN 100 untersucht. Sie wird in der Hochdruckturbine von Flugtriebwerken eingesetzt. Unter den genannten Beanspruchungen behandelt diese Arbeit das Kriechverhalten und die langsame Rißausbreitung unter ruhender Belastung. Für diese Versuche stand polykristallines Probenmaterial, hergestellt im Vakuumfeingußverfahren, zur Verfügung.

Ausgangspunkt der Arbeit war die Beobachtung, daß gelegentlich trotz konservativer konstruktiver Auslegung einzelne Laufschaufeln aus Gußlegierungen die geforderten Betriebszeiten nicht erreichen. Prinzipiell war bisher bekannt, daß die Festigkeitskennwerte derartiger Gußlegierungen häufig stark streuen. Das Versuchsprogramm umfaßte daher Kriechversuche bei einsatznahen Temperaturen, Spannungen und Versuchszeiten an IN 100, um folgende Fragen zu klären:

- Welche Schädigungsmechanismen bestimmen das Werkstoffversagen?
- Wie beeinflussen Gußfehler die Streuung der Festigkeitskennwerte?
- Wie ist der Einfluß des Gefüges auf die Kriechfestigkeit?
Ist das Gefüge stabil?
- Können die gewonnenen Daten in Gleichungen umgesetzt werden, die es gestatten, bei gegebener Last, Temperatur und gegebenem Gefügezustand die Verformungskurve $\epsilon = f(t)$ abzuschätzen?
- Sind Verbesserungen in den Werkstoffeigenschaften möglich?

1.2 Bisheriger Kenntnisstand

Die Entwicklung der hochwarmfesten Nickelbasis-Gußlegierungen wurde in den letzten 20 Jahren durch die beiden Legierungen IN 100 und MAR-M 200 maßgeblich geprägt. Diese Legierungen zeigen wesentliche gemeinsame Merkmale, beruhen aber doch auf unterschiedlichen Entwicklungsphilosophien. Sie bestehen aus einem NiCrCo-Mischkristall, der durch Zusatz von Al und Ti einen hohen Volumenanteil härtender γ' -Phase in Teilchenform ausscheidet. Das Korngefüge ist grob. Die Festigkeitskennwerte bei hohen Temperaturen sind ähnlich. MAR-M 200 enthält daneben die schweren Elemente W und Ta, die zur Mischkristallhärtung beitragen. Bei IN 100 wurde auf diese Elemente weitgehend verzichtet. Dies wirkt sich vorteilhaft auf die Dichte aus, die gegenüber MAR-M 200 ($\rho = 8,53 \text{ g/cm}^3$) um 10 % niedriger liegt. Der Unterschied erscheint gering, aber nach Berechnungen bei Pratt & Whitney erhöht sich die Lebensdauer der Turbinenscheiben durch kleinere Zentrifugalkräfte um den Faktor 3, wenn die Beschaufelung einer Turbine von MAR-M 200 auf IN 100 umgestellt würde (Fawley /2/).

Während umfangreiche Untersuchungen zur Hochtemperaturfestigkeit von MAR-M 200 vorliegen (z.B. Kear /3/), ist zu den Festigkeitseigenschaften von IN 100 und ihrem Zusammenhang mit dem Mikrogefüge bisher relativ wenig bekannt. Für die näherungsweise Auslegung der Turbinenschaufeln stellen die Werkstoffhersteller den Konstrukteuren einfache Zeitstanddiagramme und Zeitdehnnlinien zur

Verfügung /4/. Dennison u.a. /5/ untersuchten den sekundären Kriechbereich von IN 100 im Temperaturbereich 900 °C bis 950 °C durch Last- und Temperaturwechselperimente und interpretierten die Meßdaten im Sinne des Verformungsmodells der inneren Spannungen. Daneben zeigten sie, daß eine regenerative Wärmebehandlung die Lebensdauer von IN 100 verlängern kann.

Eingehende Gefügeuntersuchungen führten Wlodek /6/ an Neumaterial und Philips /7/ an bei 980 °C gealtertem Material durch. Ross /8/ berichtete über die Entstehung von σ -Phase in IN 100 und den nachteiligen Einfluß der σ -Phase auf das Festigkeitsverhalten.

Die Schaufelwerkstoffe sind von ihrer Zusammensetzung her primär auf hohe Kriechfestigkeit ausgelegt. Ihre Korrosionsbeständigkeit ist gering, so daß sie bei den vorliegenden Einsatztemperaturen bis über 1000 °C nicht ohne Korrosionsschutzschichten eingesetzt werden können. Die Beständigkeit von IN 100 gegen Heißgaskorrosion liegt nach Wasielewski /9/ im Vergleich zu anderen Legierungen etwas schlechter. Die Zeitstandfestigkeit von IN 100 wird durch Heißgaskorrosion ungünstig beeinflusst (Betz /10/).

Die Schädigungsmechanismen, die durch Kriechverformung in IN 100 ablaufen, waren bisher nicht geklärt. Zu Art und Umfang langsamer Rißausbreitung bei betriebsnahen Versuchsbedingungen sind keine Untersuchungen bekannt. Die Rißfortschrittsmessungen bei 730 °C von Donath u.a. /11/ an pulvermetallurgisch hergestelltem IN 100 sind für den vorliegenden Schaufelwerkstoff nicht unbedingt repräsentativ. Diese feinkörnige Legierung hat sehr günstige Festigkeitskennwerte bis 800 °C und findet für Turbinenscheiben Verwendung. Die Kriechfestigkeit derartiger pulvermetallurgischer Legierungsvarianten ist bei höheren Temperaturen nicht befriedigend /12/. In vorliegender Arbeit wurde pulvermetallurgisch hergestelltes IN 100 nicht untersucht.

An Arbeiten zur Hochtemperaturverformung und zum Gefügezustand von weiteren Nickelbasis-Gußlegierungen ist kein Mangel (z.B. /13/, /14/, /15/, /16/, /17/).

2. Experimentelle Durchführung

2.1 Probenmaterial

Für die Kriechversuche wurden 138 vorgegossene Zugproben der Legierung IN 100 (weitere Bezeichnungen sind Rene 100, Nimocast PK 24; nach DIN 1700: NiCo15Cr10MoAlTi) in 7 Gußtrauben im Vakuumfeingußverfahren gefertigt. Vorgeschrieben war die Einhaltung von Spezifikationen für Turbinenschaufeln. Eine Wärmebehandlung war nicht vorgesehen. 38 Gußrohlinge wurden nach Röntgen-grobstruktur - und Rißuntersuchungen beim Hersteller ausgesondert. Ein Teil der angelieferten 100 Zugproben enthielt grobe Gußfehler, die sich zerstörungsfrei schwierig nachweisen lassen. Diese Proben wurden ebenfalls dem Versuchsprogramm zugeführt. Ein Zugversuch bei RT und je ein Kurzzeitkriechversuch bei 760 °C und 950 °C waren im Prüfprogramm des Herstellers enthalten und erfüllten die Mindestanforderungen (Tabelle 1). Die Elementanalyse der Meisterschmelze LM 4752 entsprach den geforderten Sollwerten nach INCO (Tabelle 2).

Tabelle 1: Abnahmeprüfung des Neumaterials beim Hersteller

Zugversuch bei RT

	Streckgrenze in MN/m ²	Zugfestigkeit in MN/m ²	Bruchdehnung in %
Soll	> 655	> 795	> 3
Ist	825	900	3,3

Zeitstandversuche

T in °C	Standzeit in h		Bruchdehnung
	Soll	Ist	in %
760	> 23	102	4,0
950	> 23	147	5,0

Tabelle 2: Chemische Analyse der Meisterschmelzen LH 4752 und X 7090;
Angaben in Gew.-%

	C	Cr	Mo	Ni	Co	Ti	Al
Soll	0,15-0,2	8-11	2-4	Rest	13-17	4,5-5,5	5-6
LH 4752	0,151	9,9	3,0	Rest	14,8	4,7	5,5
X 7090	0,17	8,8	3,0	Rest	15,5	4,8	5,6

	V	Zr	B
Soll	0,7-1,2	0,03-0,09	0,01-0,02
LH 4752	0,93	0,032	0,015
X 7090	0,99	0,052	0,015

Die Anteile von Si, Mn, Fe, Cu, P und S lagen mindestens um den Faktor 3 unter den zulässigen Grenzwerten.

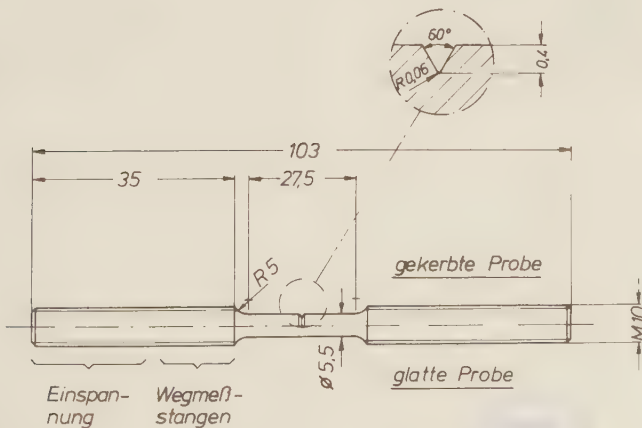
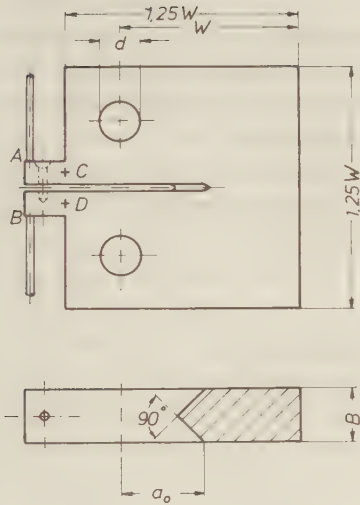


Abb. 1: Zugprobe, kurzer Proportionalstab 1:5

Meßlänge und Gewinde der Zugproben (kurze Proportionalstäbe 1:5) wurden durch Schleifen schonend bearbeitet. 6 Zugproben wurden in der Mitte der Meßlänge mit einem 60° -Spitzkerb am Umfang versehen. Die Zugprobe mit und ohne Spitzkerb ist schematisch in Abb. 1 dargestellt.

Die Kompaktzugproben (CT-Proben) für die Rißfortschrittsmessungen waren ebenfalls vorgegossen. Diese Proben entstammten einer anderen Meisterschmelze (X 7090) als die Rundzugproben. Die Analyse dieser Schmelze erfüllte ebenfalls die Sollwerte (Tabelle 2). Die Gußrohlinge der CT-Proben wurden auf die Sollgeometrie zugeschliffen. Die Form der Proben entsprach, abgesehen von dem Anguß am Kerb, verkleinerten Modifikationen der 1 CT- und 1/2 CT-Probe nach ASTM E 399 (Abb. 2). Der Anguß am Kerb war als Auflagepunkt für ein Wegmeßgestänge zur kontinuierlichen Bestimmung der Rißaufweitung vorgesehen. Die Auflagepunkte für das Wegmeßgestänge, alle Bohrungen und der Spitzkerb wurden über Funkenerosion hergestellt. Die Anfangsrißlänge $a/W = 0,45$ bis $0,55$ (Bezeichnungen s. Abb. 2a) wurde durch Anschwingen der Proben bei RT in einer elektromechanischen Schwingprüfmaschine eingestellt. Die Anrißlänge wurde dabei über eine Potentialsonde (s. Abschn. 2.3.2) überwacht. Die Anschlußdrähte aus einer Nickellegierung für die Potentialsonde (Kontaktstellen A, B für Stromzuführung; C, B für Spannungsmessung in Abb. 2a) waren vor dem Schweißen exakt durch Sacklöcher an der Probe fixiert.



	W	d	a_o	B
1 CT-Probe	40	11	18	18
1/2 CT-Probe	20	6	9	9

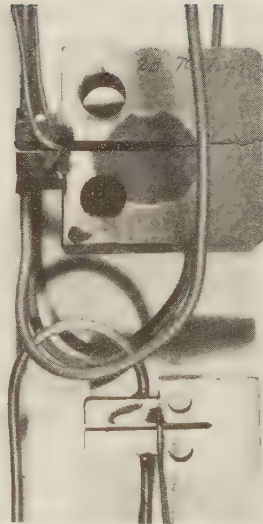


Abb. 2: CT-Probe

a) Maßdarstellung

b) Proben mit Anschlußdrähten
für Potentialsonde

2.2 Versuchsführung

Die Mehrzahl der Rundzugproben wurde als Neumaterial in Kriechversuchen verformt. Teilweise waren Vorbehandlungen am Probenmaterial vorgesehen (Abb. 3).

7 Zugproben wurden heißisostatisch nachverdichtet (HIP), um vorhandene Gußporosität zu beseitigen. Die Nachverdichtung erfolgte zusammen mit Turbinenschaufeln, fertigungsnahe Bedingungen waren also gewährleistet. Die Behandlungstemperatur war $1220\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Lösungsglühtemperatur für γ' -Phase), der isostatische Druck $\sigma = 1400\text{ bar}$ lag 4 h an den Proben an. Die Abkühlgeschwindigkeit war 8 K/min . Eine Nachbearbeitung der Probenoberfläche vor den Kriechversuchen erfolgte nicht.

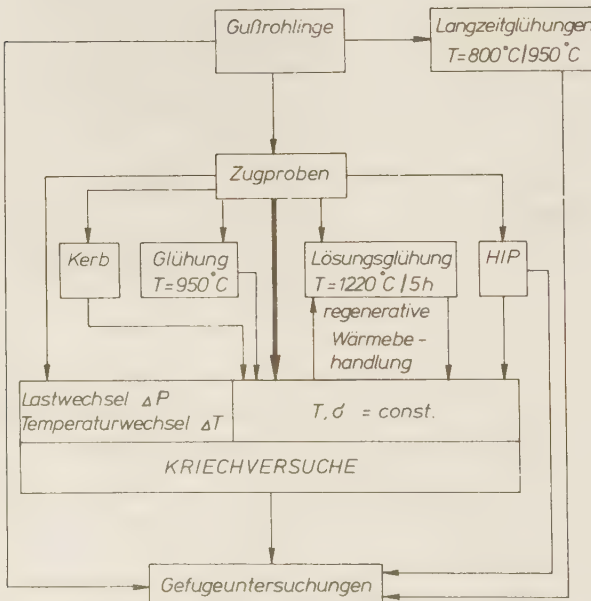


Abb. 3: Schematische Darstellung der durchgeführten Experimente mit Rundzugproben

Weitere Proben wurden der gleichen Wärmebehandlung in reduzierender Atmosphäre unterzogen, wie sie beim Heißpressen vorlag. Damit sollte abgesichert werden, daß nicht eine einfache Wärmebehandlung die gleiche Wirkung auf das Verformungsverhalten zeigt wie das heißisostatische Nachverdichten. Durch wiederholte Glühung bei 1220 °C nach Verformung wurde gezeigt, wieweit sich Werkstoffgefüge und Kriechfestigkeit nach kleinen Verformungsgraden regenerieren lassen. Zwei Zugproben wurden vor Verformung bei 950 °C gegläut, um den Einfluß rein thermisch bedingter Gefügeänderungen auf die Kriechfestigkeit zu überprüfen.

Alle Zustände des Probenmaterials wurden auf Mikrostruktur und Werkstoffschädigung hin untersucht. Zur Abseparierung der Temperatureinflüsse standen kleine Abschnitte der Zugproben zur Verfügung, die zwischen 300 h und 10 000 h in Kammeröfen isotherm bei den Versuchstemperaturen ausgelagert waren.

Die Kriechversuche wurden bei einachsiger Zugbelastung in der Regel unter konstanter Spannung und konstanter Temperatur T gefahren. Die Verformung wurde kontinuierlich erfaßt und erfolgte überwiegend bis zum Bruch der Proben. Eine Reihe von Versuchen wurde nach Erreichen vorgegebener Verformungszustände in verschiedenen Bereichen der Kriechkurve abgebrochen, um über metallographische Verfahren den Schädigungsgrad des Werkstoffs zu beurteilen. Die gewählten Versuchstemperaturen 800 °C und 950 °C entsprachen den Betriebsbedingungen einer Turbinenschaufel. Die niedrigere Temperatur ist ein typischer Wert für den Schaufelfuß, 950 °C gibt einen mittleren Wert im Schaufelblatt wieder.

Die Versuchsspannungen wurden so gewählt, daß Standzeiten bis zum Bruch zwischen 1 h und 700 h vorlagen. Die Spannungsbereiche für 800 °C waren $\sigma = 450$ bis 700 MN/m^2 und für 950 °C $\sigma = 100$ bis 450 MN/m^2 . Ergänzend zu den eigenen Messungen hat die Fa. MTU-München 6 Kriechversuche bei konstanter Last mit Standzeiten von 400 bis 1300 h (gesamte Versuchszeit: 4900 h) an Luft durchgeführt, um die Ergebnisse zum praxisrelevanten Spannungsbereich hin abzusichern. Alle Kriechversuche zusammen umfaßten 13 400 Versuchsstunden.

Zur Bestimmung von Spannungsexponent n und Aktivierungsenthalpie Q nach Gl. (7) und (10) waren kleine Last- bzw. Temperaturwechsel im sekundären Bereich der Kriechkurve notwendig. Die Lastwechsel betrugen etwa 10 % der

Versuchslast. Die Temperatur wurde um 10 bis 20 K variiert. Für diese Experimente wurden die Temperaturen 850 °C und 900 °C in das Versuchsprogramm aufgenommen.

Alle Angaben beziehen sich auf die Zahlenwerte für wahre Spannung und wahre Dehnung im Gegensatz zu den häufig verwendeten technischen Werten. Die Werte für Dehnungen enthalten nur die plastische Verformung, der elastische Anteil wurde mit dem jeweiligen E-Modul (s. Abschn. 8.2) der Versuchstemperatur absepariert. In den Kriechkurven $\epsilon = f(t)$ und $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ ist der elastische Dehnungsanteil noch eingetragen. Die plastischen Dehnungen beziehen sich auf die Versuchstemperatur, zur Umrechnung auf Raumtemperatur muß die Wärmebedehnung der Legierung herangezogen werden. Der entsprechende Korrekturfaktor 0,985 (950 °C) kann im Normalfall vernachlässigt werden.

Die Versuchsatmosphäre war bei der halben Anzahl der Versuche Luft. Die Zugproben waren nicht mit einer korrosionshemmenden Schutzschicht versehen, wie dies bei Turbinenschaufeln der Fall ist. Bei 900 °C und 950 °C wurde ein starker Korrosionsangriff an Luft beobachtet. Um den Einfluß der Oxidation auf die Kriechfestigkeit zu überprüfen, wurden Proben außer an Luft unter einer reduzierenden Atmosphäre (10 % H₂ + 90 % Ar) verformt.

Das Versuchsprogramm der Rißfortschrittsmessungen bei 800 °C und 950 °C erfaßte Versuchszeiten zwischen 1 h und 500 h bis zum Durchbrechen der CT-Probe. Versuchsatmosphäre war überwiegend ein Ar-H₂-Gemisch. Als wesentliche Meßgrößen wurden Rißaufweitung s und Rißlänge a kontinuierlich aufgenommen. Bei den Versuchen mit gekerbten Rundzugproben war die Erfassung dieser Meßgrößen nicht möglich.

2.3 Versuchstechnik

2.3.1 Kriechapparatur

Für die Verformungsversuche bei hoher Temperatur war eine geeignete Apparatur (Abb. 4) zu entwickeln. Kerngedanke der Entwicklung war es, durch geeignete Versuchstechniken und Auswerteverfahren aus einem einzelnen Versuch bessere Daten zum Werkstoffverhalten zu gewinnen, als dies z.B. der einfache Zeitstandversuch bieten kann. Ein wichtiger Gesichtspunkt war hierbei, die meß- und regeltechnischen Fehler stark einzuschränken, um die werkstoffbedingte Streuung beurteilen zu können. Die Apparatur war für Kriechversuche mit Zugproben und für Bruchmechanikexperimente an gekerbten Proben bei hoher Temperatur ausgelegt.

Zugprobenaufhängung

Für die Aufhängung der Zugproben im heißen Bereich des Ofens (Abb. 5) wurde eine verbesserte Halterung entworfen, die bei Schepp /18/ genauer beschrieben ist. Die Halterung ist geeignet für hohe Zuglasten bei gleichzeitiger starker Korrosionseinwirkung. Durch eine symmetrische und begrenzt winkelbewegliche Einspannung der Probenköpfe überlagert sich der Zugbelastung in der Probe nur ein kleines, unerwünschtes Biegemoment. Messungen mit Dehnmeßstreifen ergaben, daß die maximalen Dehnungsabweichungen $\Delta \epsilon$ an der Probenoberfläche zwischen $\pm 5\%$ und $\pm 8\%$ lagen. Die Forderung von ASTM E 139-70 mit $\Delta \epsilon = \pm 10\%$ für den Kriechversuch wurde somit eingehalten. Besonders günstig war, daß auch nach starker Korrosion die Probe ohne Schwierigkeiten aus den Halterungen gelöst werden konnte. Die Proben wurden nicht beschädigt beim Ausbau, die Halterungen konnten mehrfach verwendet werden. Alle warmfesten Halteteile waren aus Feingußteilen der Nickelbasis-Gußlegierung IN 939 gefertigt.

Probenbelastung

Die Belastung der Proben (Lasten bis 15 kN) erfolgte durch Bleigewichte. In den ersten 39 von 90 Kriechversuchen wurde eine geeignete Kurvenscheibe (Andrade-Chalmers-Hebelarm) verwendet, um die Spannung während der Verformung konstant zu halten. Wegen Auftretens von Relaxationseffekten nach der Probenbelastung war dieses Verfahren relativ ungenau, die Spannung sank um

2 % ab. Bei großen Dehnungen wurde dann die Spannung auf $\pm 0,3$ % eingehalten. Die gewünschten Solllasten konnten bei Versuchsbeginn wegen der Nachgiebigkeit der Kurvenscheibe nur ungenau eingestellt werden. Abweichungen von mehr als 5 % vom Sollwert waren üblich. Dieses Verhalten ist für vergleichende Messungen ungünstig, wenn man die hohe Spannungsabhängigkeit der Kriechrate betrachtet.

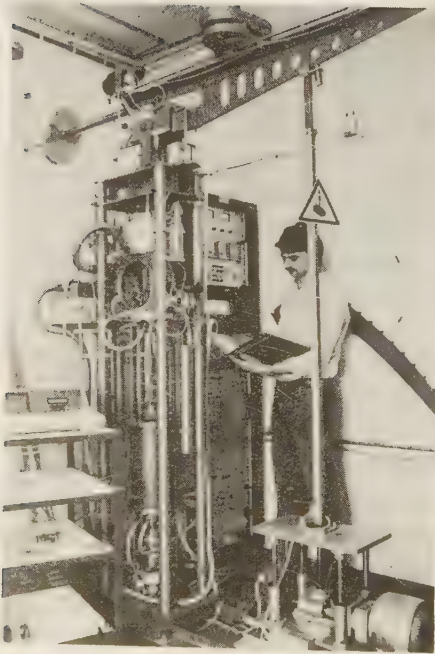


Abb. 4: Kriechapparatur mit elektrischen Komponenten im Schaltschrank und Rechner
HP 85

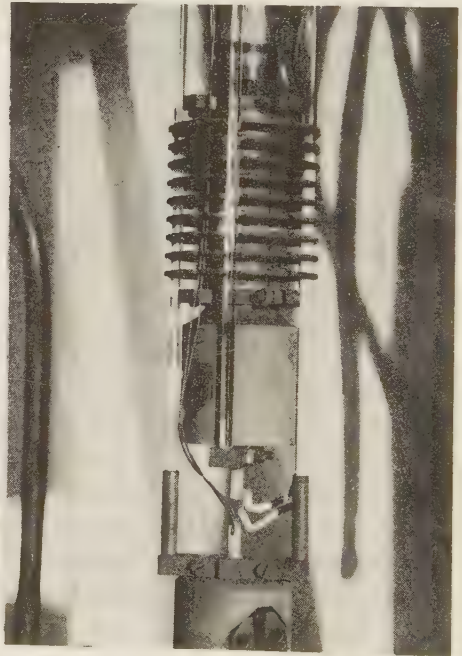


Abb. 5: Aufhängung der Rundzugproben

Deutliche Verbesserungen brachte eine servomechanische Laststeuerung bei den nachfolgenden Versuchen. Die Last konnte hierbei in einer frei programmierbaren geschlossenen Regelschleife beliebig variiert werden. Ein Kleinrechner HP 85 bestimmte bei Kriechversuchen unter Berücksichtigung von Probendehnung und Anfangsbedingungen den Sollwert für die Last und korrigierte den Istwert über einen Positionierantrieb. Dieser Motorantrieb veränderte durch Verschieben von Bleigewichten den effektiven Hebelarm der Probenlast. Der Sollwert für die Spannung wurde bei Versuchsstart auf $\pm 1\%$ erreicht und besser als $\pm 0,2\%$ eingehalten.

Die Kraft wurde über eine Kraftmeßdose und einen Meßverstärker in Trägerfrequenztechnik gemessen. Der gesamte Fehler der Kraftmeßkette einschließlich Langzeitdrift zwischen den Kalibrierungen betrug $+ 0,15\%$ im ungünstigsten Fall.

Wegmessung

Der Verformungsweg der Zugprobe wurde im Kriechversuch kontinuierlich mit einem Differenzwegmeßgestänge und induktivem Wegaufnehmer gemessen. In ähnlicher Anordnung ist das Funktionsprinzip bei /18/ beschrieben. Die absolute Genauigkeit der Wegmessung war nicht besser als $\pm 0,3\%$, die kurzzeitige Auflösung und Reproduzierbarkeit der Meßvorrichtung $0,1\text{ }\mu\text{m}$ ($\hat{=} 4 \cdot 10^{-4}\%$ Dehnung). Dies wurde durch E-Modulmessungen bei hohen Temperaturen bestätigt. Durch eine symmetrische parallelogrammartige Anordnung des Gestänges zur Zugprobe war gewährleistet, daß eine geringfügige Verbiegung der Probe nicht das Meßsignal für den Verformungsweg verfälscht.

Wegen der hohen Versuchstemperaturen treten bei derartigen Meßanordnungen beträchtliche Driften des Meßsignals durch Wärmedehnung auf, so daß die obige Kurzzeitauflösung nur für Lastwechselversuche von Nutzen ist. Eine Langzeitstabilität in der Dehnung besser als $0,005\%$ war aus zwei Gründen erforderlich. Die Bruchdehnungen waren klein (z.T. $< 1\%$) und die gemessenen Kriechkurven $\epsilon = f(t)$ sollten zur Bestimmung der Kriechrate in kleinen Dehnungsincrementen differenziert werden. Eine Reihe von Maßnahmen brachte deutliche Verbesserungen. Die Meßstangen waren wegen der geringen Wärmedehnung aus Quarzglas. Die Temperaturschwankungen wurden durch eine verbesserte Regelanlage klein gehalten. Die Wärmedehnung der Probenmeßlänge wurde

mechanisch im Ofen kompensiert. Verschiedene Teile der Meßvorrichtung waren über einen Flüssigkeitskreislauf thermostatisiert.

Die Langzeitstabilität der Vorrichtung gemessen über einen Zeitraum von 100 h war besser als $\pm 1 \mu\text{m}$. In diesem Wert sind Abweichungen enthalten, die durch eventuelle Auskristallisation oder plastisches Ausknicken der Quarzglasstangen im heißen Bereich des Ofens entstehen könnten.

Der induktive Weggeber hatte einen linearen Arbeitsbereich von weniger als 2 mm. Bei größeren Verformungen konnte der Geber über einen Positionierantrieb automatisch nachgeführt werden. Wegmeßvorrichtung und Probe befanden sich von einander thermisch isoliert in einem gemeinsamen gasdichten Raum, der bei Bedarf evakuiert werden konnte.

Temperaturmessung und Temperaturregelung

Die Versuchsprobe wurde über einen Dreizonen-Widerstandofen beheizt. Zur Verringerung des axialen Temperaturgradienten auf der Meßlänge wurde jede Heizzone individuell geregelt. Der Temperaturgradient betrug langfristig maximal $\pm 0,5 \text{ K}$. Die drei Temperaturregler für die Heizzonen waren mit einem Temperaturregler von besonders hoher Güte zu einer langzeitstabilen Regelkaskade zusammengeschlossen. Die Temperaturfühler der Heizzonenregler waren direkt an den Heizwicklungen, der Fühler für den Führungsregler an der Probe angebracht. Die Langzeitstabilität der Regelanlage lag über Zeiten von 500 h bei $\pm 0,3 \text{ K}$.

Die Temperatur wurde über zwei alterungsbeständige, kalibrierte PtRh-Pt-Thermoelemente gemessen. Die Kalibrierung der offenen Thermoelemente erfolgte im Vergleichsverfahren mit einer absoluten Unsicherheit bei 950°C von $\pm 0,9 \text{ K}$. Die Alterung der Thermoelemente wurde überwacht. Die Drift der Thermospannung im Versuchszeitraum von 18 Monaten entsprach einer Temperaturänderung von $+ 0,6 \text{ K}$ bei 800°C und $+ 1,6 \text{ K}$ bei 950°C . Die Unsicherheit der Meßkette ohne die Temperaturfühler bei Einsatz eines kalibrierten Digitalvoltmeters HP 3456 war $\pm 0,8 \text{ K}$. Die erforderliche Vergleichsstelle zeigte eine Stabilität besser als $\pm 0,1 \text{ K}$ über den gesamten Versuchszeitraum.

Um bei der Temperaturmessung grobe Fehler (z.B. extreme Alterung der Thermoelemente, falsch angeschlossene Ausgleichsleitungen) auszuschließen, wurden zwei weitere unabhängige Meßketten mit langzeitstabilen Nicrosil-Nisil-Mantelthermoelementen betrieben.

2.3.2 Rißfortschrittsmessungen

Die 1 CT-Proben wurden über gegabelte Zugstempel und eine Stiftverbindung durch den servomechanischen Hebelarm auf Zug belastet (Abb. 6). Zur Einspannung der kleineren 1/2 CT-Proben waren geeignete Zwischenstücke vorhanden. Der Temperaturgradient lag im Bereich der Rißebeine innerhalb von $\pm 0,6$ K.

Die Rißlänge wurde im Versuch kontinuierlich durch ein elektrisches Widerstandsmeßverfahren (Potentialsonde) erfaßt. Die Entscheidung fiel zugunsten des Verfahrens mit Gleichstromquelle (Abb. 7). Die Wechselstromverfahren (siehe Wei und Brazill /19/) bieten zwar bessere Stabilität und Auflösung bei kleineren notwendigen Meßströmen, erfassen aber die Rißtiefe wegen des Skineffektes nur in oberflächennahen Bereichen der Probe. Im vorliegenden Fall war eine ebene Rißfront bzw. eine Rißfront mit bekannter, fester Krümmung nicht gegeben, wie sie die Wechselstrompotentialsonde erfordert. Das Gleichstromverfahren erfaßt einen mittleren Wert der Rißlänge, wie er für bruchmechanische Untersuchungen notwendig ist.

Der Strom I der stabilisierten Stromquelle ($I = 30$ A für 1 CT-Probe, $I = 10$ A für 1/2 CT-Probe) wurde über Nickeldrähte (Durchmesser 3,5 mm) durch die Probe geleitet. Zur Überwachung des Stroms war ein Meßwiderstand im Stromkreis vorgesehen. Der rißtiefenabhängige Spannungsabfall in der Größe von 10 bis 20 mV am Kerb wurde über dünne Nickeldrähte an den Seitenflächen der Proben mit einem hochauflösenden integrierenden Digitalvoltmeter HP 3456 gemessen. Die Datenerfassung erfolgte über den Rechner HP 85. Die Anschlußdrähte waren im heißen Bereich des Ofens durch Quarzglasgewebeschauch isoliert. Zur Vermeidung elektrischer Störungen waren die Zugstempel gegen die übrige Apparatur elektrisch isoliert.



Abb. 6: 1 CT-Probe nach Versuch

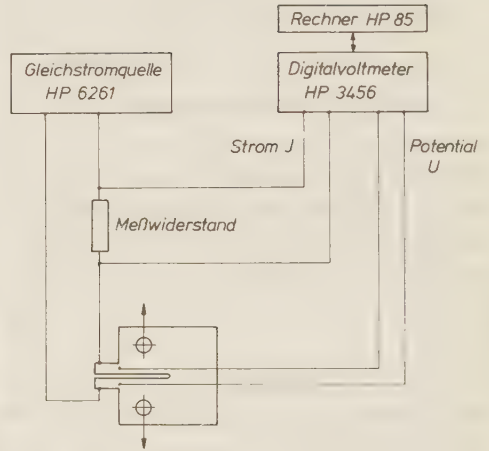


Abb. 7: Gleichstrompotentialsonde

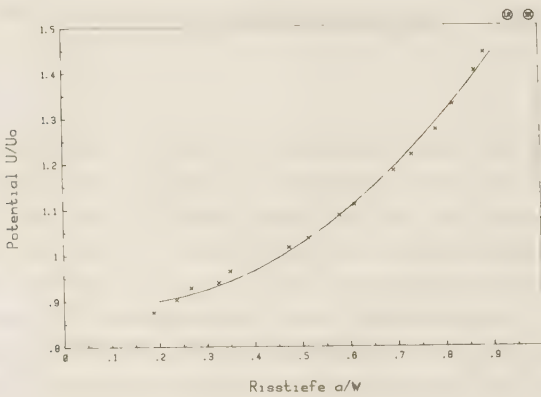


Abb. 8: Eichkurve der Potentialsonde, Spannungsabfall U/U_0 über der normierten Rißlänge a/W

Die Eichung der Potentialsonde erfolgte bei RT über Verlängerung des Risses in CT-Proben durch Schwingbeanspruchung. Die Rißfront wurde in Abständen von 2 bis 3 mm durch Änderung der Belastung markiert. Durch nachträgliche optische Auswertung der Markierungsabstände war eine Zuordnung zum Meßsignal der Potentialsonde möglich. Die Eichkurve (Abb. 8) ist nach Normierung der Rißlänge a auf die Probenlänge W und der Meßspannung U auf den Anfangswert U_0 unabhängig von Werkstoff, Temperatur, Größe der Probe und Meßstrom I . Die Eichkurve hängt nur von der Form der Probe und dem Ort der Kontaktpunkte für Stromzuführung und Spannungsmessung ab. Für die automatische Datenerfassung wurde die Eichkurve angenähert durch

$$U/U_0 = 0,9071 - 0,2108 a/W + 0,8916 (a/W)^2 \quad (1)$$

wobei U_0 die Meßspannung für $a/W = 0,45$ ist.

Die Empfindlichkeit der Potentialsonde betrug im Einsatz etwa $300 \mu V/mm$. Für die Berechnung der Rißwachstumsrate a ist eine hohe relative Auflösung der gemessenen Rißtiefe wesentlich. Mit der verwendeten Meßanordnung konnten Änderungen der Rißlänge $\Delta a = 0,02$ mm sicher nachgewiesen werden. Ein ungeklärter Effekt verfälschte allerdings den Meßwert für die absolute Rißlänge a besonders bei $800^\circ C$ erheblich. Nach Belastung der Probe verringerte sich gelegentlich das Meßsignal der Potentialsonde zeitabhängig entsprechend einer scheinbaren Rißverkürzung bis zu $\Delta a/W = 0,025$ (Abb. 9). Dieser Effekt wurde bei Raumtemperaturversuchen nicht beobachtet. Da die Rißaufweitungen bei $300^\circ C$ gering waren, sind Kontaktstellen zwischen den Rißufern als Ursache denkbar. Freeman und Neate /20/ fanden diesen Effekt ebenfalls an niedrig-legiertem, sprödem $0,5$ CrMoV-Stahl bei $565^\circ C$.

Um die RT-Eichkurve der Potentialsonde bei den Versuchstemperaturen zu überprüfen, wurden einige Versuche vor Bruch der CT-Proben beendet und die Proben bei Raumtemperatur aufgebrochen. Ein Vergleich der durch Oxidation markierten Rißlänge mit dem letzten Meßwert der Potentialsonde bei der Versuchstemperatur ergab befriedigende Übereinstimmung bei $950^\circ C$. Die photometrische Auswertung der oxidierten Bruchflächen war wegen der rauen Bruchflächen und vorhandener Brücken im angebrochenen Ligament wenig genau (Abb. 10). Die wahre Rißtiefe lag als systematische Abweichung um $\Delta a/W = 0,025$ höher als der im Versuch gemessene Wert.

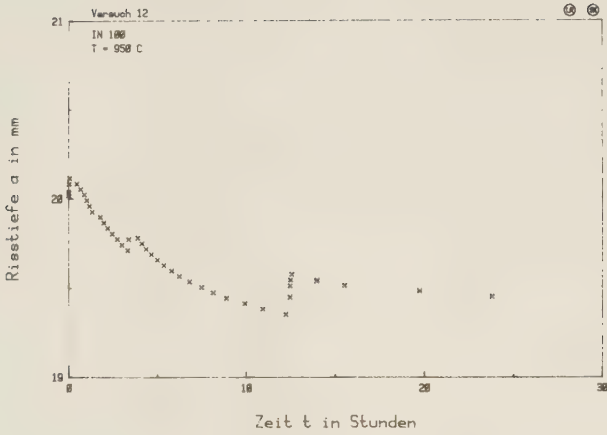


Abb. 9: Zeitabhängige scheinbare Verkürzung des Risses,
Messung mit Potentialsonde

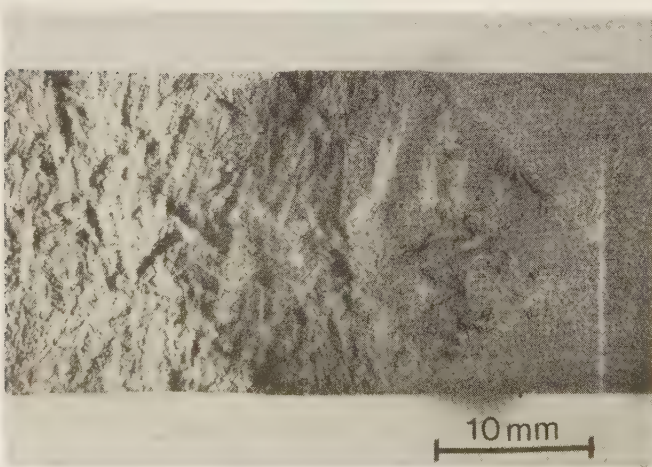


Abb. 10: Bruchfläche einer CT-Probe nach Versuch bei 950 °C

Bei 800 °C traten beträchtliche unsystematische Abweichungen zwischen den Meßwerten der Potentialsonde und der wahren Rißlänge auf. Die wahren Rißverlängerungen Δa lagen gegenüber den Meßwerten um den Faktor 2 bis 4 höher. Für den Temperaturbereich um 800 °C war die Genauigkeit der Potentialsonde unzureichend. Die Rißlänge im Versuchsverlauf wurde daher über die Nachgiebigkeit bzw. die Rißaufweitung der CT-Probe bestimmt.

Die Rißaufweitung wurde in den Versuchen kontinuierlich mit einem Wegmeßgestänge erfaßt (Abb. 11). Meßstellen waren die Gußansätze am Kerb, auf denen Quarzglasstange (unterer Ansatz) und Quarzglasrohr (oberer Ansatz) des Gestänges aufstanden. Meßumformer war ein induktiver Wegaufnehmer mit Schrittmotorantrieb, der bei großen Wegstrecken den Wegaufnehmer in seinen linearen Arbeitsbereich zurückführte. Die Kennwerte der Meßvorrichtung entsprachen den Angaben in 2.3.1.

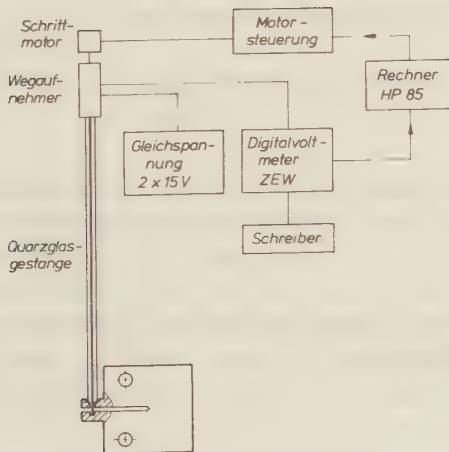


Abb. 11: Meßanordnung für Rißaufweitung

Die plastische Rißaufweitung bei 800 °C war im Vergleich zur elastischen Aufweitung im vorliegenden Fall klein, so daß aus der Nachgiebigkeit der Proben nach Korrektur um den plastischen Anteil die Rißlänge näherungsweise bestimmt werden konnte. Der plastische Verformungsanteil lag z.B. bei 20 % (1 CT-Probe, $a/W = 0,695$, $t = 102$ h) oder 25 % (1/2 CT-Probe, $a/W = 0,55$, $t = 14$ h) bezogen auf die gesamte Rißaufweitung bei Ende des Versuchs. Die elastische Rißaufweitung wurde bei diesen Versuchen experimentell durch Reduktion der Versuchslast ermittelt. Bei 950 °C war die plastische Rißaufweitung um den Faktor 5 größer als der elastische Anteil. Die Rißlänge hätte in diesem Fall durch periodisch wiederholte Lastwechsel und der sich hieraus ergebenden Nachgiebigkeit bestimmt werden können.

Nach ASTM E 561-78 T gilt für die elastische Rißaufweitung s_0 an der Stelle $l = 0,1576 W$ (Abb. 12):

$$s_0 = C \cdot P / (E \cdot B) \quad (2)$$

P: Last

E: E-Modul

B: Probenbreite

wobei für die CT-Probe sich die Nachgiebigkeit C ergibt aus

$$C = 103,8 - 930,4 \cdot (a/W) + 3610 \cdot (a/W)^2 - 5930,5 \cdot (a/W)^3 + 3979 \cdot (a/W)^4 \quad (3)$$

Da die Rißaufweitung nicht an der Stelle $l = 0,1576 W$ bestimmt wurde, war eine Umrechnung der elastischen Rißaufweitung für die Auflagepunkte des Meßgestänges erforderlich.

Unter der Annahme eines elastischen Drehpunktes (Abb. 12) in der Probe erhält man bei Belastung aus dem Strahlensatz:

$$s/s_0 = (l+W-d)/(1,1576 W-d) \quad (4)$$

mit $l = 15$ mm

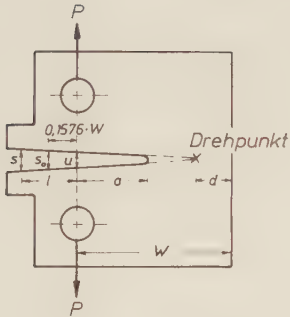


Abb. 12: Meßstellen für Rißaufweitung

Der Abstand d des elastischen Drehpunktes kann für den ebenen Dehnungszustand nach BS DD-19 (1972) berechnet werden zu

$$d = 0,67 (W-a) \quad (5)$$

Der plastische Dehnungsanteil an der Rißaufweitung wurde durch lineare Interpolation aus den experimentell bestimmten Anfangs- und Endwerten der elastischen Rißaufweitung berücksichtigt. Die Eichkurve Abb. 13 wurde für die Rechnerauswertung durch ein Polynom 2. Grades angenähert. Entsprechend kann aus den Beziehungen (2) bis (5) die Rißaufweitung u an den Lastangriffspunkten zur Ermittlung des Bruchmechanikparameters C^* bestimmt werden. Weitere experimentelle Einzelheiten sind bei Rauh /21/ zu finden.

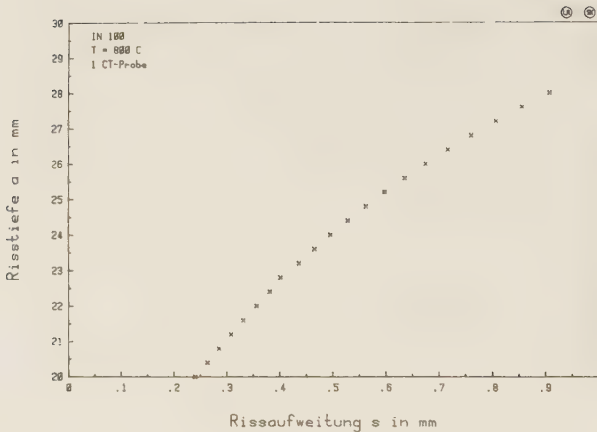


Abb. 13: Eichkurve für Umrechnung von Rißaufweitung s auf Rißlänge a

2.3.3 Meßdatenerfassung und Datenverarbeitung

Datenerfassung, Datenauswertung, Steuerung und Überwachung der Anlage waren an der Kriechapparatur weitgehend automatisiert. Ein Kleinrechner HP 85 mit integrierter Tastatur, Drucker, Kassettenlaufwerk und Bildschirm war über zwei Schnittstellen mit allen wesentlichen Geräten der Kriechapparatur verbunden (Abb. 14). Die Schnittstelle zu den Meßgeräten für Temperatur, Kraft, Weg und Rißlänge war ein IEC-Bus (DIN 625). Die Steuerung des servomechanischen Hebelarms, des Positionierantriebs für den Weggeber, einer schnellen Lastwechselvorrichtung und der Regler für Temperaturwechsel erfolgten über eine parallele 2 x 16 bit Schnittstelle. Die Anlage wurde durch den Rechner auf Heizwicklungsbruch, Kühlwasserausfall und andere Störfälle überwacht. Die Elektronik der Kriechapparatur wurde überwiegend von der zentralen Elektronikwerkstatt der Universität Erlangen-Nürnberg entwickelt und hergestellt.

Für die vorgesehenen Untersuchungen wurde umfangreiche Software in Basic erstellt. Die beiden Programme für Kriechversuche und Rißfortschrittsmessungen umfaßten die Funktionen Datenerfassung, Auswertung und Steuerung der Anlage. Hinzu kamen Plot-, Statistik-, Datenbankprogramme und eine Vielzahl weiterer Programme zur Überprüfung theoretischer Überlegungen (z.B. Hohlraumwachstum, quantitative Ansätze für Kriechkurven).

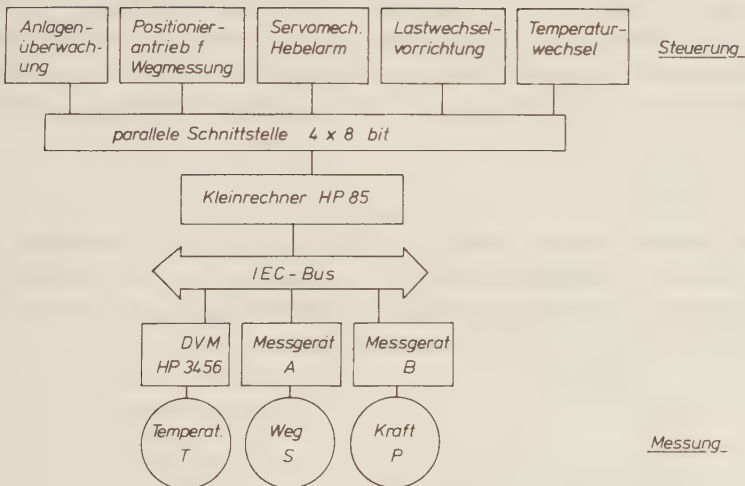


Abb. 14: Datenerfassung und Gerätesteuerung durch Rechner HP 85

2.4 Gefügeuntersuchungen

Für die Lichtmikroskopie wurde das Probenmaterial geschliffen und poliert. Die ungeätzten Schliffe wurden auf Risse und Hohlräume hin untersucht. Als Ätzmittel wurde zur Gefügeentwicklung verwendet:

100 ml H_2O , 100 ml HCl, 10 ml HNO_3 , 0,3 ml Vogels Sparbeize bei 60 °C.

Daneben fand eine weitere Ätzlösung aus verschiedenen Säuren Anwendung /6/. Für höhere Vergrößerungen als im Lichtmikroskop möglich stand ein Rasterelektronenmikroskop (REM) vom Typ JEOL JSM U 35 mit energiedispersivem Analysenzusatz zur Verfügung. Diese Gerätekombination wurde besonders für Bruchflächenuntersuchungen eingesetzt.

Zur Bestimmung der Versetzungsanordnung und zur Auswertung von Gefügedetails $<1 \mu m$ wurde die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) eingesetzt. Das vorhandene Gerät Philips EM 400 war ebenfalls mit einem energiedispersivem Analysenzusatz ausgerüstet. Problematisch war die Herstellung ausreichend dünner Proben von IN 100 für das TEM. Bedingt durch Hohlräume und Seigerungen im Gefüge gelingt es selten, mit einem bei sonstigen Werkstoffen erfolgreichen elektrolytischen Dünungsverfahren (Struers Tenupol) größere durchstrahlbare Bereiche zu erhalten.

Nach elektrolytischer Phasenisolierung wurden Karbide und γ' -Phase analytisch untersucht und der Volumenanteil der γ' -Phase im Gefüge gravimetrisch bestimmt. Das Verfahren ist bei Kriege /22/ beschrieben und konnte auch bei kürzeren Elektrolysezeiten zur Tiefätzung von Schliffen verwendet werden.

2.5 Fehlerbetrachtung und Statistik

Für die wesentlichen Kenngrößen Spannung und Temperatur im Kriechversuch wurde unter Berücksichtigung aller Unsicherheiten die mittleren Fehler über das Fehlerfortpflanzungsgesetz bestimmt. Für die absolute Temperatur betrug der mittlere Fehler über den gesamten Versuchszeitraum $\pm 1,7$ K bei 800 °C und $\pm 2,2$ K bei 950 °C. Damit wurden die Forderungen der Normen nach DIN 50118, ISO R 203, R 204, R 206 und BS 1686, 1687 (1950) erfüllt.

Unter Einbeziehung aller Unsicherheiten einschließlich Probengeometrie und Kraftmessung lag das Fehlerintervall der Spannung bei $\pm 1,5$ % für Versuche mit dem Andrade-Chalmers-Hebelarm (39 Versuche) und $\pm 0,9$ % für den servomechanischen Hebelarm (50 Versuche).

Dehnungen waren bezogen auf den Meßwert nicht genauer als $\pm 0,5$ % bekannt. Dieser Zahlenwert wurde wesentlich durch die Unsicherheiten bei der Meßlänge bestimmt. Der Fehler in den Angaben für Bruchdehnungen lag bezogen auf dem jeweiligen Wert zwischen ± 2 % (950 °C) und ± 4 % (800 °C). Die absolute Auflösung der Wegmessung war mit $\Delta \epsilon = \pm 1,5 \cdot 10^{-5}$ (absolute Dehnung) als untere Grenze der Meßgenauigkeit anzusehen. Bestimmt wurde dieser Wert als Standardabweichung aus Lastwechselversuchen im elastischen Bereich einer Zugprobe bei 800 °C. $\Delta \epsilon$ entspricht der Reproduzierbarkeit des Meßsignals.

Der Fehler des Zeitnormalen war mit $\pm 0,02$ % zu vernachlässigen.

Die Kriechrate konnte wegen der hohen Wegauflösung in kleinen Dehnungsabständen berechnet werden. Die Berechnung erfolgte z.B. nach Dehnungsinkrementen von 0,01 %. Hierzu wurden 9 Meßpunktpaare ϵ/t im Intervall $\Delta \epsilon = \pm 0,02$ % erfaßt und die Steigung durch Ausgleichsrechnung bestimmt. Die Streuung dieses Verfahrens lag bei $\Delta \epsilon = \pm 1$ %, sofern keine Störungen am Wegmeßsignal auftraten.

Die Kriechversuche bei MTU wurden mit konstanter Last gefahren. Bei einer Dehnung $\epsilon = 5$ % erhöhte sich hier die Spannung um den gleichen Betrag $\Delta \epsilon = + 5$ %. Die so gemessenen Standzeiten können damit etwas geringer ausfallen als bei den eigenen Messungen.

Eine direkte Bestimmung der Last über eine Kraftmeßdose war nicht möglich, der Fehler lag grob geschätzt bei $\pm 3 \%$. Für jeden Versuch wurden ca. 20 Meßpunktpaare Zeit und Dehnung aufgenommen. Der Fehler in der Zeitmessung war mit $< 0,1 \%$ zu vernachlässigen. Die Unsicherheit in der Bestimmung der Dehnung war unbekannt und wurde mit $\pm 2 \%$ angenommen. Die Versuchstemperaturen lagen innerhalb von $\pm 3 \text{ K}$ beim Sollwert.

Die Koeffizienten verschiedener Ansätze (z.B. Gl. 6, 8, 11, u.a.) wurden durch (teilweise multiple) lineare Regression berechnet, gegebenenfalls nach geeigneter Transformation der Variablen. Die berechneten Vertrauensintervalle umfaßten 99 % der Grundgesamtheit, d.h. es kann davon ausgegangen werden, daß 0,5 % der Meßwerte ungünstiger lagen als es das Intervall voraussagt. Die Vertrauensintervalle wurden unter der Annahme einer normalverteilten Grundgesamtheit bestimmt. Zu beachten ist, daß das Intervall die Streuung der abhängigen Variablen charakterisiert. Als unabhängige Variable ist z.B. immer die Spannung zu betrachten. Die angegebenen Werte für die Breite des Vertrauensintervalles gelten am Mittelwert der Meßpunkte. Aus statistischen Gründen verdoppelt sich in der Regel diese Breite an den Enden der Regressionsgerade. Die Güte der Anpassung wird durch den Korrelationskoeffizienten r^2 gekennzeichnet.

Die in den Diagrammen eingezeichneten Fehlerbalken geben entweder die Standardabweichung s oder eine Fehlerabschätzung wieder, wobei dies im Begleittext genannt wird.

3. Kriechversuche

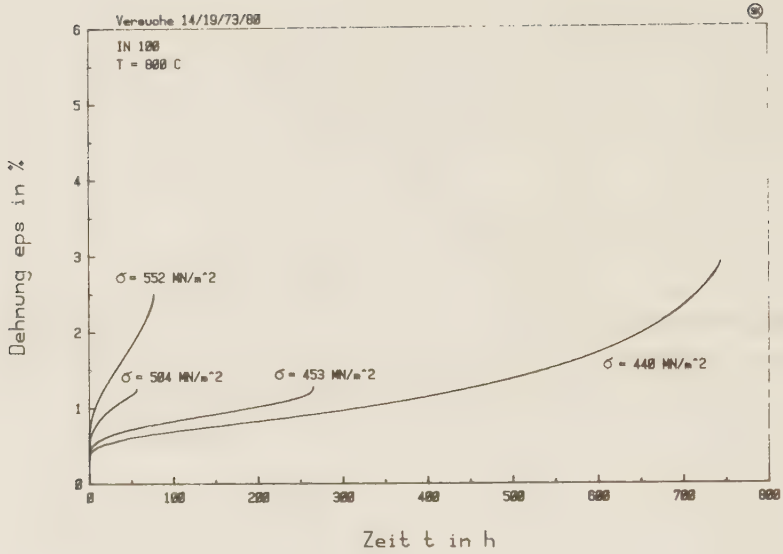
3.1 Verformungskurven der Kriechversuche

In Abb. 15 a und b sind für die beiden Versuchstemperaturen 800 °C und 950 °C jeweils 4 Kriechkurven Dehnung ϵ über der Zeit t für einen repräsentativen Spannungsbereich aufgetragen. Alle Versuche waren bis zum Bruch geführt. Die Standzeit t_B zeigt die erwartete Spannungsabhängigkeit. Man erkennt einige signifikante Unterschiede zwischen den beiden Versuchstemperaturen.

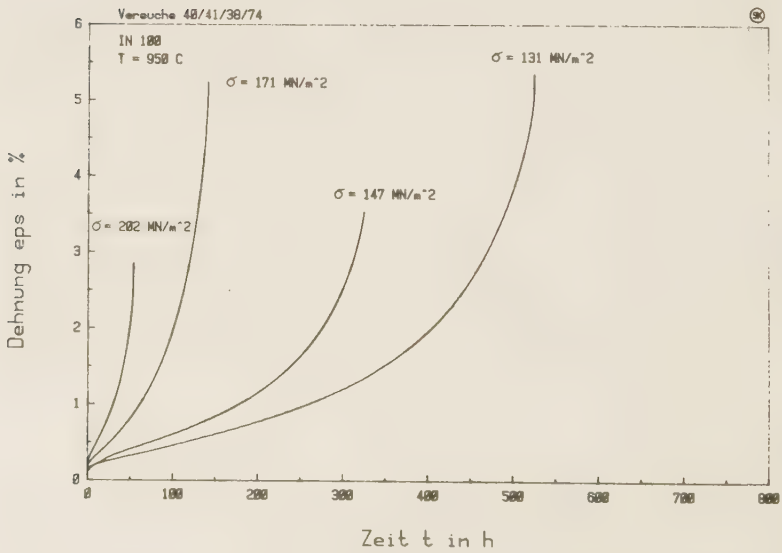
Die Bruchdehnung ϵ_B fiel bei 800 °C gering aus, die Werte lagen zwischen 1 % und 2 % im Vergleich zu 3 bis 5 % bei erhöhter Temperatur. Die Kurven bei 800 °C lassen erkennen, daß vermutlich ein stationärer Bereich $\dot{\epsilon} = \text{const.}$ das Kriechverhalten bestimmt. Im Gegensatz dazu beschleunigt sich offensichtlich die Kriechrate nach mittleren Verformungsgraden bei 950 °C. Dieser Anstieg der Kriechrate wird bei Dennison u.a. /5/ so gedeutet, daß nach stationärem Kriechen vorzeitig der tertiäre Bereich bedingt durch Alterung des Gefüges einsetzt.

Eine genauere Interpretation der Kriechkurven ermöglicht die differenzierte Darstellung $\log \dot{\epsilon} = f(\epsilon)$. Die Abb. 16 a und b enthalten die gleichen Verformungskurven wie Abb. 15 a und b in differenzierter Form. Die Auftragung der Ordinate wurde wegen der starken Spannungsabhängigkeit der Kriechrate logarithmisch gewählt. Die Kurven sind auf der Dehnungsachse etwas verschoben, da durch die hohen Spannungen die Proben sich elastisch bis zu 0,5 % verformten.

Die plastische Dehnung, die sich neben der elastischen Verformung nach Belastung der Probe innerhalb von $t = 2$ s einstellte (sog. plastische Anfangsdehnung ϵ_i), war gering mit Werten zwischen 0 und 30 % bezogen auf die jeweilige elastische Dehnung. Eine systematische Korrelation zwischen Spannung σ und Anfangsdehnung ϵ_i , wie sie Evans und Wilshire /23/ an Reinnickel fanden, konnte nicht festgestellt werden.



a



b)

Abb. 15: Kriechkurven $\epsilon = f(t)$ für jeweils 4 verschiedene Spannungen bei
a) 800 °C und b) 950 °C

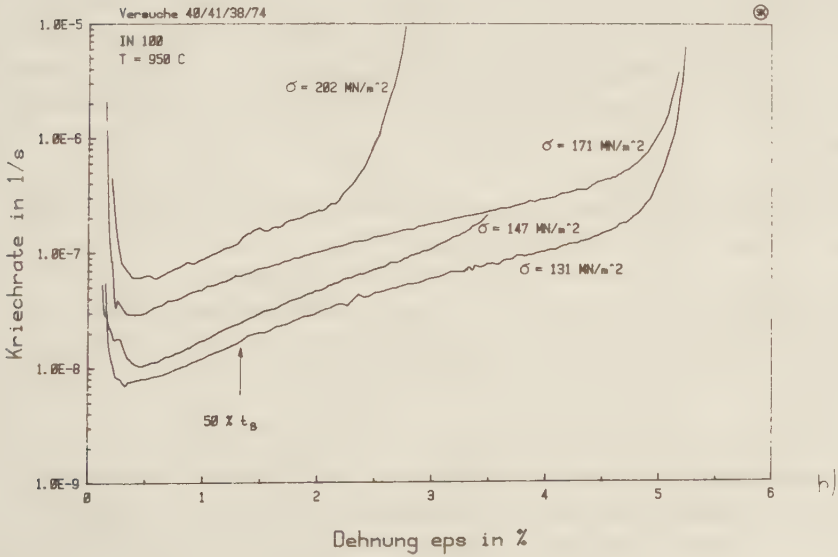
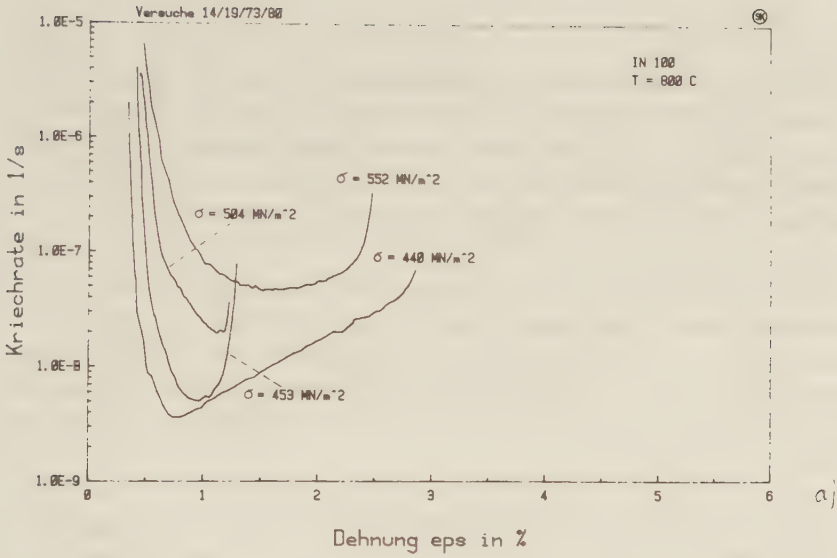


Abb. 16: Differenzierte Kriechkurven $\log \dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ aus Abb. 15

a) bei 800 °C; b) bei 950 °C

Wie bereits die kleine Auswahl an Kriechkurven in Abb. 16 zeigt, ist das Verformungsverhalten bei 800 °C wenig systematisch. Die oberste Kurve $\sigma = 552 \text{ MN/m}^2$ entspricht etwa dem idealisierten Verlauf einer Kriechkurve (siehe /24/) mit einem ausgeprägten stationären Bereich. Daneben wurden Proben verformt, die unterschiedlichste Effekte zeigten:

- In einigen Versuchen wurde ein ausgeprägtes Minimum der Kriechrate mit nachfolgendem linearen Anstieg der Kriechrate $\log \dot{\epsilon}$ beobachtet (Versuch bei 440 MN/m^2 in Abb. 16a). Dieser lineare Anstieg entsprach nicht dem tertiären Kriechbereich und war auch nicht von der Versuchszeit abhängig. Der Effekt konnte also nicht einer zeitabhängigen Entfestigung durch Gefügeänderungen zugeordnet werden.

- In 11 Versuchen konnte der primäre Bereich in zwei lineare Abschnitte unterschiedlicher Steigung unterteilt werden (z.B. Versuch bei 504 MN/m^2 in Abb. 16a). Der übliche kontinuierliche Übergang zum stationären Kriechen war hier "geknickt". Möglicherweise lagen zwei verschiedene Verfestigungsmechanismen im primären Kriechbereich vor, von denen einer bei hohen Kriechraten und der andere bei niedrigen Kriechraten die Verfestigung bestimmte.

- Einige Proben brachen bereits im primären Bereich der Kriechkurve bei extrem kleinen Dehnungen ($\epsilon_B < 0,5 \%$).

- Teilweise versagte der Werkstoff im stationären Bereich, ohne daß sich die Werkstoffschädigung in der Verformungskurve durch Erhöhung der Kriechrate ankündigte.

Die differenzierten Kriechkurven bei 950 °C in Abb. 16 b lassen erkennen, daß bei dieser Temperatur ein wesentlich einheitlicheres Verhalten vorliegt. Der Werkstoff verfestigt sich nach Belastung in einem sehr kleinen Dehnungsintervall. Die Kriechrate fällt innerhalb von $\epsilon = 0,2 \%$ um ein bis zwei Dekaden ab. Der primäre Bereich ist daher bei hoher Temperatur von geringer Bedeutung für Lebenszeit und verbrauchtem Dehnungsanteil. Die Legierung ver-

formt sich bei Versuchen mit Standzeiten $t_B > 10$ h nach dem primären Bereich nicht stationär trotz der Versuchsführung $\sigma = \text{const}$. In diesen Versuchen liegt immer ein ausgeprägtes Minimum der Kriechrate im Dehnungsbereich 0,2 bis 0,5 % vor. Nach dem Minimum erhöht sich die Kriechrate beträchtlich, stabilisiert sich aber meist nach größeren Dehnungen (Versuche bei 131 MN/m^2 und 171 MN/m^2 in Abb. 16b). Erst bei hohen Dehnungen tritt eine Schädigung des Werkstoffes ein, die den Bruch einleitet und die Kriechrate erneut beschleunigt. Dies gilt für die Versuche bei 131 MN/m^2 und 171 MN/m^2 ab $\epsilon = 4,5$ %.



Abb. 17:
Differenzierte Kriechkurve
mit linearer Auftragung der
Kriechrate; der tertiäre Be-
reich setzte an der markierten
Stelle ein

Der Anstieg von $\dot{\epsilon}$ nach Erreichen der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ kann nicht als tertiäres Kriechen bezeichnet werden, da der Verlust an Kriechfestigkeit nicht notwendigerweise zum Bruch führt und sich die Kriechrate auf hohem Niveau stabilisiert. Diese Instabilität der sekundären Kriechrate wurde in anderen Arbeiten /25/, /26/ an ähnlichen Nickelbasislegierungen ebenfalls beobachtet und wird allgemein Gefügeänderungen der γ -Phase zugeschrieben. In welcher Art diese Alterungsvorgänge die Kriechfestigkeit beeinflussen, war bisher nicht bekannt. Der Vorgang kann durchaus als eine Schädigung des Werkstoffes angesehen werden. Es wird in Abschn. 4.3 gezeigt, daß diese Art der Schädigung

durch eine einfache Wärmebehandlung rückgängig gemacht werden kann. Für die Schädigung durch Bildung von Rissen und Hohlräumen, die tertiäres Kriechen kennzeichnet, gilt diese einfache Reversibilität nicht. Als Werkstoffschädigung im engeren Sinne werden im folgenden nur Vorgänge verstanden, die unmittelbar zum Werkstoffversagen führen.

Die Kriechrate erhöhte sich von $\dot{\epsilon}_{\min}$ bis zum Einsetzen des tertiären Bereiches um den Faktor 10 bis 30. Der Beginn des tertiären Bereiches konnte durch eine einfache geometrische Konstruktion in der Auftragung $\log \dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ abgeschätzt werden. Hierbei wurde der Bereich der Kriechkurve, in dem sich die Kriechrate stabilisierte ($\epsilon > 1\%$), durch eine Gerade angenähert. Die Dehnung bzw. Zeit, bei der die Kriechrate $\log \dot{\epsilon}$ um den Faktor 1,3 von dieser Gerade abweicht, wurde als Beginn des tertiären Kriechens definiert.

Durch die logarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}$ in Abb. 16b erscheint der drastische Verlust an Kriechfestigkeit (gekennzeichnet durch die instabile sekundäre Kriechrate) nicht sehr deutlich. In Abb. 17 ist daher die Kriechrate für einen Versuch linear aufgetragen. Bei der höchsten eingezeichneten Kriechrate $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ begann der tertiäre Bereich, d.h. die Kriechverformung setzte sich noch zu höheren Kriechraten außerhalb des Diagramms fort. Betrachtet man die gesamte Lebenszeit des Werkstoffs bei einem solchen Versuch, stellt man fest, daß die im Vergleich zu Versuchen bei 800 °C relativ große Dehnung der Proben bis zum Bruch von geringem Nutzen ist. Die Standzeit der Probe wird durch die niedrigen Kriechraten bei $\dot{\epsilon}_{\min}$ bestimmt. Der Werkstoff hat also seine halbe Lebenszeit bereits nach 1 % plastischer Verformung verbraucht, wie in Abb. 16b für den Versuch bei 131 MN/m² markiert ist. Würde es gelingen, die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ für die erreichten Verformungsgrade zu stabilisieren, dann wären um den Faktor 2 bis 4 höhere Standzeiten möglich. In Spannung gerechnet entspricht dies einem zusätzlichen Sicherheitsabstand von 17 - 35 % in der Auslegung von Turbinenschaufeln. Die Ursachen für den Verlust an Kriechfestigkeit sollten daher geklärt werden (S. Abschn. 4.4.3)

Bevor dieses Verhalten Gefügeeinflüssen zugeschrieben wird, müssen andere Gründe für den Anstieg von $\dot{\epsilon}$ ausgeschlossen werden. Die Abweichungen der Spannung von den Sollwerten waren gering (s. Abschnitt 2.5) und entsprachen im ungünstigsten Fall einer Variation in $\dot{\epsilon}$ von $\pm 8\%$. Bei den Kriechversuchen an Luft traten Querschnittsverluste durch Oxidation auf. Die Querschnitts-

minderungen wurden bei der Spannungsregelung von σ nicht berücksichtigt. Der Querschnittsverlust lag in Abhängigkeit von der Versuchsdauer bei etwa 1 bis 2 %, im Falle von 2 Versuchen wurde 5 % beobachtet. Daneben entstand unter der Oxidschicht ein ausscheidungsfreier Saum, der an γ -Phase verarmt war. Die Dicke dieses Bereiches war 10 - 30 μm . Nimmt man an, daß Oxidschicht und ausscheidungsfreier Saum keinen Beitrag zur Kriechfestigkeit stellen, dann hat sich der tragende Querschnitt der Probe im Versuch an Luft im ungünstigsten Fall um 7 % (normalerweise 3 %) verringert und die wahre Spannung hat sich um eben diesen Betrag erhöht. Dies entspricht einer Steigerung der Kriechrate von 35 % (bzw. 14 %), berechnet aus der vorliegenden Spannungsabhängigkeit der Kriechrate. Damit kann eine beobachtete Kriechratenerhöhung von mehr als 1000 % nicht erklärt werden.

Die Versuche mit reduzierender Atmosphäre ergaben, daß die Oberfläche des Werkstoffs deutlich weniger oxidierte, der ausscheidungsfreie Saum aber ebenfalls entstand. Der nominelle Querschnittsverlust betrug 1 %. Die gemessenen Kriechkurven unter diesen Bedingungen entsprachen im Rahmen der Streuung denen an Luft.

Um den Einfluß von Gußporen auf das Kriechverhalten abzuseparieren, wurden 7 Zugproben zur Beseitigung der Gußporosität heißisostatisch nachverdichtet und im Kriechversuch verformt. Abb. 18 enthält die gewonnenen Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ bei 800 °C. Im Vergleich zu Neumaterial (Abb. 16b) zeigten die nachverdichteten Proben einen ausgeprägten stationären Kriechbereich mit konstanter Kriechrate. Die Werte der stationären Kriechrate entsprachen genau den Erwartungswerten des porösen Neumaterials (Tab. 3), die minimale Kriechrate wurde also nicht durch Heißpressen beeinflusst.

Tabelle 3: Vergleich der minimalen Kriechraten in 1/s von heißgepreßten Proben (HIP) mit den Erwartungswerten von Neumaterial nach Abb. 21 bei zwei Temperaturen

800 °C

σ in MN/m ²	565	613	671
HIP	$7,7 \cdot 10^{-8}$	$1,5 \cdot 10^{-7}$	$6,9 \cdot 10^{-7}$
Neumaterial	$7,5 \cdot 10^{-8}$	$2,2 \cdot 10^{-7}$	$7,5 \cdot 10^{-7}$

950 °C

σ in MN/m ²	200	241	280	280
HIP	$5,4 \cdot 10^{-8}$	$2,7 \cdot 10^{-7}$	$7,4 \cdot 10^{-7}$	$6,0 \cdot 10^{-7}$
Neumaterial	$4,7 \cdot 10^{-8}$	$1,1 \cdot 10^{-7}$	$2,1 \cdot 10^{-7}$	$2,1 \cdot 10^{-1}$

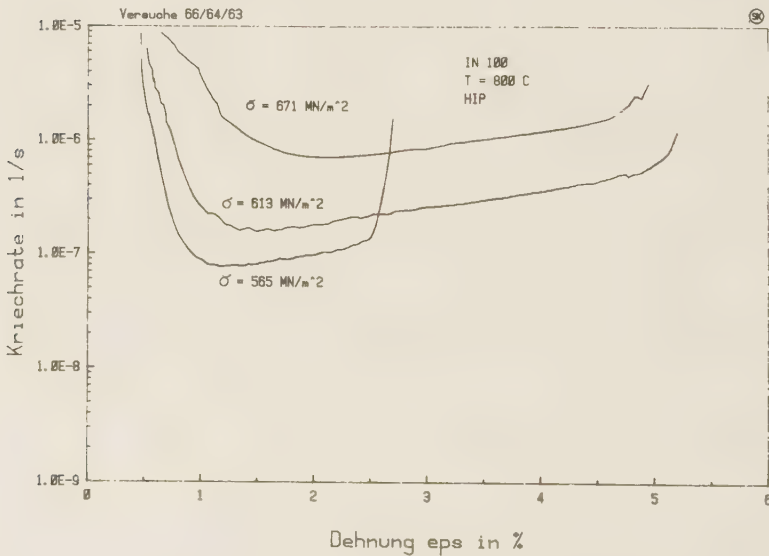


Abb. 18: Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ von heißgepreßten Proben bei 800 °C unter 3 Spannungen

Die Verformungskurven der nachverdichteten Proben bei 950 °C (Abb. 19) differierten im Verlauf nicht wesentlich vom Neumaterial (Abb. 16b). Der einzige Unterschied war der Gewinn im Verformungsvermögen des Werkstoffs. Der direkte Vergleich der Kriechkurven von Neumaterial und einer heißgepreßten Probe bei gleichen Versuchsbedingungen in Abb. 20 zeigte, daß die Kurven bei Dehnungen $< 2\%$ übereinstimmten. Die minimalen Kriechraten $\dot{\epsilon}_{\min}$ lagen systematisch über den Werten von Neumaterial (Tab. 3). Das Heißpressen wirkte sich hier geringfügig nachteilig aus.

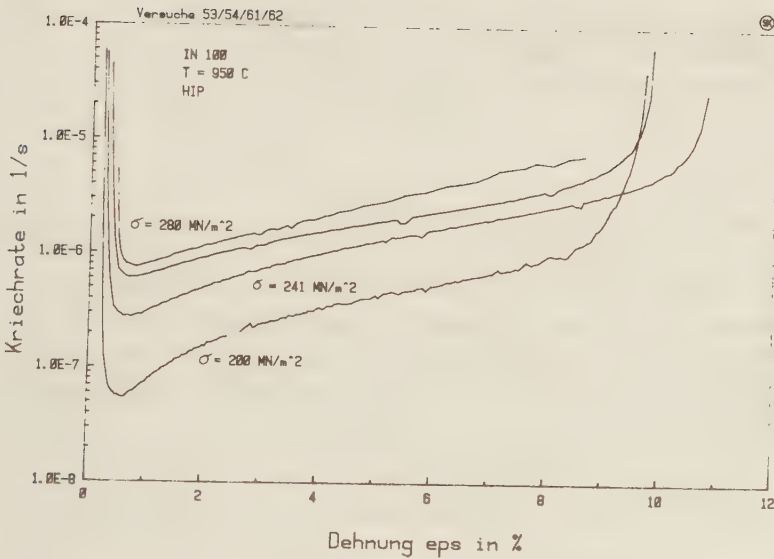


Abb. 19: Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ von nachverdichteten Proben bei drei verschiedenen Spannungen ; Versuchstemperatur 950 °C

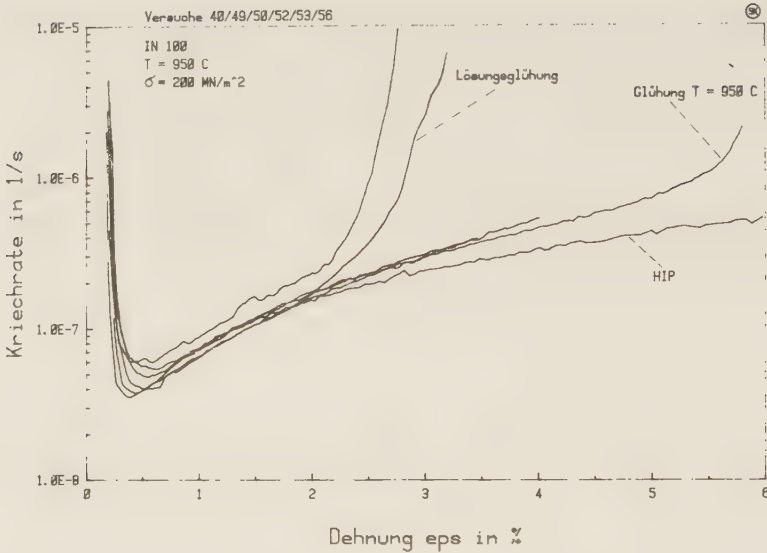


Abb. 20: Vergleich der Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ von Neumaterial, lösungsgeglühten, heißgepreßten und bei 950 °C ausgelagerten Proben ; Versuchstemperatur 950 °C

3.2 Spannungsabhängigkeit des sekundären Kriechens

Zur quantitativen Beschreibung des Kriechverhaltens wird davon ausgegangen, daß sich Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate unabhängig von einander wiedergeben lassen. Theoretische Überlegungen von /27/, /28/ zeigen, daß die stationäre Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ mit der Spannung über ein Potenzgesetz zusammenhängen kann:

$$\dot{\epsilon}_s = A_1 \cdot (\sigma/G)^n \quad (6)$$

G: Schubmodul

A_1 : Konstante

wobei im Falle des versetzungskontrollierten Kriechens der Spannungsexponent n Werte von 3 bis 4 annimmt.

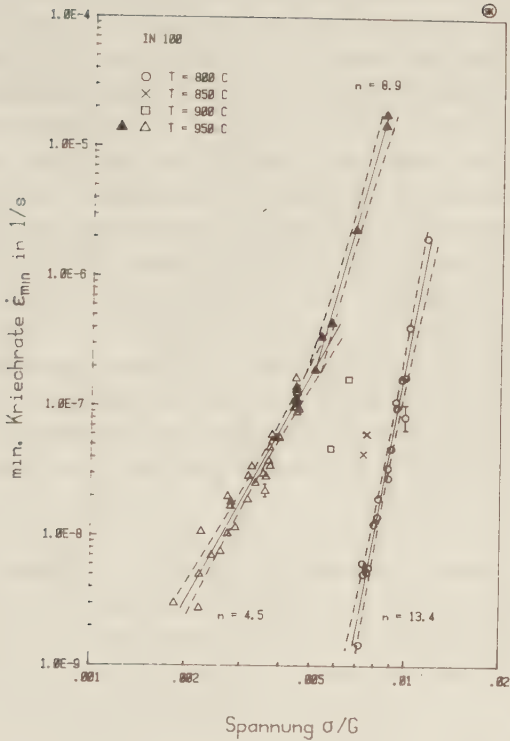


Abb. 21: Minimale Kriechrate über der normierten Spannung für Neumaterial bei Temperaturen von 800 °C bis 950 °C

Die Kriechversuche bei 800 °C zeigten zumindest zum Teil einen stationären Bereich $\dot{\epsilon} = \text{const.}$ Für 950 °C konnte nur die minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ ausgewertet werden. In Abb. 21 sind die Daten $\dot{\epsilon}_{\min} = f(\sigma/G)$ für Neumaterial der Legierung IN 100 eingezeichnet. In doppeltlogarithmischer Auftragung sollten bei Gültigkeit des Potenzansatzes alle Meßpunkte einer Temperatur auf einer Geraden liegen.

Dies traf für die Meßwerte bei 800 °C recht gut zu. Allerdings war die Spannungsabhängigkeit mit $n = 13,4$ beträchtlich höher als sie die Theorie

voraussagt. Eine theoretische Begründung für diesen hohen Exponenten ist kaum denkbar. Bei 950 °C gelang es nicht, alle Meßwerte durch eine einzelne Gerade anzunähern. Bei niedrigen Spannungen lag $n = 4,5$ vor, die Annahmen bei Herleitung des Potenzgesetzes schienen zuzutreffen. Für Spannungen $> 280 \text{ MN/m}^2$ nahm der Exponent auf $n = 8,9$ zu. Dieser Spannungsbereich ist von geringer Bedeutung für den Einsatz des Werkstoffs und ist daher mit wenigen Meßpunkten belegt. Die Regression durch diese wenigen Punkte erschien trotzdem gerechtfertigt. Die Anpassung erfaßte immerhin 2 Dekaden der Kriechrate. Die gemessenen Daten bei der hohen Spannung 450 MN/m^2 waren zuverlässig. Unregelmäßigkeiten im Gefüge oder Kriechverhalten waren nicht zu finden. Die Auftragung mit einer abschnittswiseen Anpassung von Geraden darf nicht so verstanden werden, als würde sich die Spannungsabhängigkeit sprunghaft bei $\sigma = 280 \text{ MN/m}^2$ ändern. Die hohen Werte der Spannungsexponenten zeigen, daß der Potenzansatz keine befriedigende Beschreibung der Daten ermöglicht. Die Streuung der Meßdaten ist zu groß, als daß eine kontinuierliche Änderung $n = f(\sigma)$ nachgewiesen werden könnte.

Im Bereich von etwa 3 Dekaden der Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ wird es vermutlich wegen der Streuung immer gelingen, die gewonnenen Meßpunkte durch einen Potenzansatz befriedigend anzunähern. Vorfaktor A_1 und Spannungsexponent n des Potenzgesetzes (6) werden je nach Zahl und Güte der verfügbaren Daten stark variieren, so daß schwerlich etwas über den physikalischen Sinn des Potenzgesetzes ausgesagt werden kann. Dies zeigt ein Vergleich mit Ergebnissen an IN 100 bei 950 °C von Dennison u.a. /5/ in Abb. 22. Das Diagramm enthält die Ausgleichsgeraden und Vertrauensintervalle von Abb. 21. Bei niedrigen Spannungen ist die Übereinstimmung gut, bei hohen Spannungen liegen die Werte von Dennison /5/ deutlich ungünstiger. Die Erklärung für diese Abweichung ergibt sich aus dem Meßverfahren, das in /5/ angewendet wurde. Die Meßpunkte sind nach Angabe aus einem Versuch durch sukzessive Erhöhung der Spannung im "stationären Bereich" der Kriechkurve bestimmt. Da auch bei /5/ die Kriechrate im sekundären Bereich nicht stabil war, wie durch nachträgliche Differenzierung einer Kurve $\epsilon = f(t)$ festgestellt wurde, lagen die bei großen Dehnungen gemessenen Kriechraten entsprechend zu hoch.

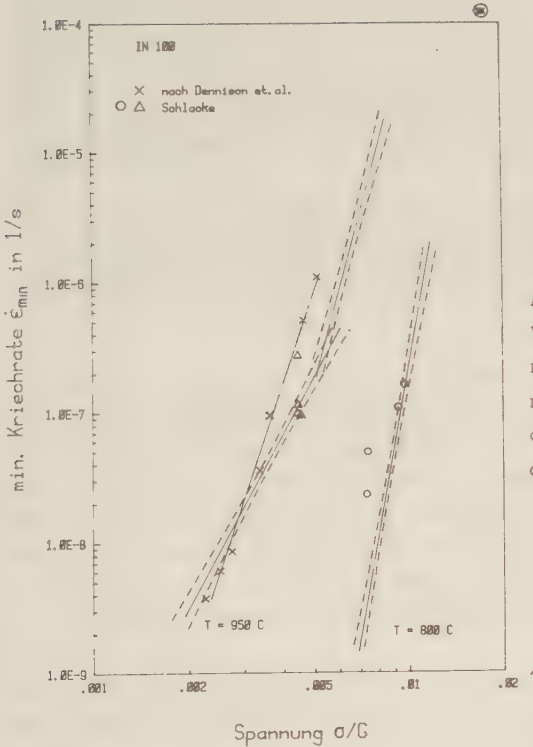


Abb. 22:

Vergleich der minimalen Kriechraten aus Abb. 21 mit Ergebnissen von /5/ bei $950^\circ C$; dazu Werte von Proben mit oxidischen Fremdeinschlüssen

Die eigene Auswertung der Meßdaten von /5/ zeigte, daß ein formal bestimmter Spannungsexponent $n = 7,2$ alle Meßpunkte befriedigend beschreibt. Die Korrelation der Meßpunkte war mit $r^2 = 0,991$ hervorragend. Bemerkenswerterweise ordneten Dennison u.a. /5/ den drei Meßwerten bei niedriger Spannung, die in $\dot{\epsilon}$ nur um den Faktor 2 variierten, eine eigene Steigung $n = 4,5$ gegenüber den Punkten bei hoher Spannung mit $n = 8,5$ zu. U.a. aus diesen statistisch kaum gerechtfertigten Annahmen zieht /5/ den Schluß, daß das Modell der inneren Spannungen (s. Abschnitt 6.1) eine bessere Beschreibung des Kriechverhaltens von IN 100 bietet.

Die Streuung in $\dot{\epsilon}_{\min}$ ist zwar zu groß, um die Konstanten von Gl.(6) in einem engen Spannungsintervall bestimmen zu können. Im Vergleich zu den Unsicherheiten, die bei der Auslegung von Turbinenschaufeln angenommen werden, ist sie

aber sehr gering. Abb. 20 zeigt, daß bei 950 °C die einzelnen Kriechkurven bis zu mittleren Dehnungen gut reproduzierbar sind. Die 6 eingetragenen Versuche wurden bei gleichen Versuchsbedingungen geführt ($\sigma = 200 \text{ MN/m}^2$, reduzierende Atmosphäre), die Proben entstammten 3 verschiedenen Gußtrauben. Zwei Versuche wurden im sekundären Kriechbereich nach mehr als 3 % plastischer Dehnung unterbrochen. Für die minimale Kriechrate wurde eine Standardabweichung $s = + 24 \%$ berechnet. Dies entspricht einer Unsicherheit in der Spannung von $\pm 5 \%$. Dennison, u.a. /5/ geben für Proben aus verschiedenen Gußtrauben eine deutlich höhere Streuung von $s = + 58 \%$ bei 5 Versuchen an (Unsicherheit in der Spannung $\Delta\sigma = + 11 \%$)

Die 99 % - Vertrauensintervalle in Abb. 21 sagen bei 950 °C eine Streuung von $\Delta\dot{\epsilon} = + 14 \%/ - 12 \%$ (entspricht $\Delta\sigma = + 3 \%$) bei niedrigen Spannungen $\sigma < 280 \text{ MN/m}^2$ voraus. Bei Spannungen $> 280 \text{ MN/m}^2$ war die Breite des Intervalls doppelt so groß wegen der geringen Zahl der Meßwerte. Bei 800 °C war die Streuung mit $\Delta\dot{\epsilon} = + 29 \%/ - 22 \%$ (entspricht $\Delta\sigma = + 5 \%$) deutlich höher. Die Ursache lag beider geringen Duktilität bei 800 °C (s. Abschnitt 3.4). Der Korrelationsfaktor r^2 betrug in allen Fällen um 0,95, die Annahme einer abschnittswisen Linearität konnte akzeptiert werden.

In Abb. 22 sind weitere eigene Meßpunkte von Neumaterial eingezeichnet, die bei der Bestimmung der Geraden und Vertrauensintervalle nicht berücksichtigt wurden. Nach den jeweiligen Kriechversuchen wurde festgestellt, daß dieses Probenmaterial oxidische Fremdeinschlüsse enthielt. Teilweise fielen diese Messungen in die Streubänder. Einige Werte erfüllten die Anforderungen an die Kriechfestigkeit bei weitem nicht. Zum nachteiligen Einfluß dieser Gußfehler auf den Werkstoff enthält der Abschnitt 5.1.1 weitere Angaben.

Die Breite der Vertrauensintervalle war nicht kleiner als die Streuung der Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$, wenn man von den absoluten Unsicherheiten für die wesentlichen Parameter Temperatur und Spannung ausgeht. Hieraus den Schluß zu ziehen, daß die Streuung der Ergebnisse nicht unbedingt auf dem Werkstoff beruhte, wäre nicht korrekt. Die Reproduzierbarkeit dieser Größen war wesentlich besser als ihre absolute Genauigkeit. Die Streuung der Kriechrate bedingt durch Temperatur und Spannung reduzierte sich damit etwa auf die Hälfte. Die werkstoffbedingte Streuung hob sich daher von den Meßunsicherheiten ab. Zwischen den beiden Vertrauensintervallen von Abb. 21 sind je 2

Meßpunkte für 850 °C und 900 °C eingetragen. Ihre Lage entspricht qualitativ der erwarteten Temperaturabhängigkeit der Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$. Zu Aussagen zur Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{\min}$ waren sie wenig geeignet, da sie in der Spannung dicht beieinander lagen. Der Abstand der Meßpunkte bei 900 °C entsprach immerhin einem Faktor 10 in der Kriechrate. Der Spannungsexponent n konnte damit grob mit $n = 10$ geschätzt werden.

Abb. 21 ist zu entnehmen, daß der Exponent vermutlich weniger von der Temperatur als von der äußeren Spannung abhängt. Dies wird besser belegt durch Hinzunahme weiterer Ergebnisse aus Lastwechselversuchen. Der Spannungsexponent n kann bei konstanter Temperatur im stationären Kriechbereich bestimmt werden aus

$$n = \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma \quad (7)$$

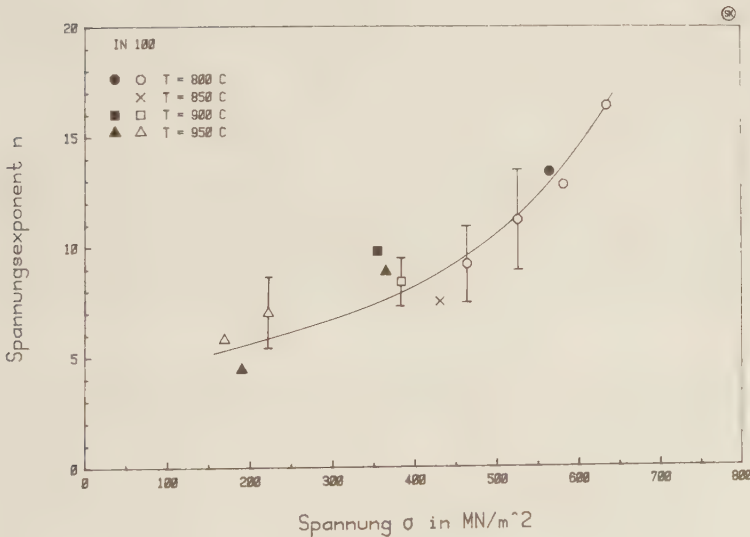


Abb. 23: Vergleich der Spannungsexponenten aus Abb. 21 (gefüllte Symbole) mit Ergebnissen von Lastwechselversuchen

In Abb. 23 ist der Exponent n abhängig von der Spannung für 4 verschiedene Temperaturen dargestellt. Die ausgefüllten Symbole sind die Steigungen n aus Abb. 21. Diese Exponenten wurden (etwas willkürlich) den Spannungen am Mittelpunkt der jeweiligen Regressionsgerade zugeordnet. Die Werte dargestellt durch offene Symbole und Kreuz sind die Ergebnisse von Lastwechselversuchen im sekundären Bereich der Kriechkurven. Jeder Punkt ist der Mittelwert aus 2 - 6 Lastwechseln. Die Fehlerbalken verdeutlichen die Standardabweichung s . Der durch das Kreuz gekennzeichnete Wert beruht auf nur einem Lastwechsel, ist also relativ unsicher. Dies gilt auch für das ausgefüllte quadratische Symbol bei 900 °C. In diesem Fall lagen in der Auftragung $\dot{\epsilon}_{\min} = f(\sigma/G)$ (Abb. 21) zur Bestimmung von n nur 2 Meßpunkte vor.

Die Lastwechselversuche bei 800 °C sagen einen steilen Anstieg von n mit der Spannung voraus. Für niedrigere Spannungen liegt offensichtlich eine Annäherung an die theoretischen Werte $n = 3$ bis 4 vor.

Die Ergebnisse der Lastwechselversuche müssen mit einer gewissen Vorsicht betrachtet werden. Bei 950 °C lag entgegen den Voraussetzungen für das Verfahren kein stationärer Bereich vor. Die Versuche fielen gezwungenermaßen in den Bereich ansteigender Kriechrate. Bei 800 °C kann zumindest in einigen Versuchen von stationärem Kriechen gesprochen werden. Das Dehnungsintervall des stationären Bereichs ist aber so klein, daß kaum mehr als 2 Lastwechsel sinnvoll in einem Versuch durchgeführt werden können. Um einen halbwegs zuverlässigen Wert für den Spannungsexponenten zu erhalten, sind aber zur Mittelwertbildung wesentlich mehr Lastwechselversuche notwendig. Der Vorteil des Lastwechselverfahrens, daß mit brauchbarer Genauigkeit wesentliche Werkstoffkennwerte über einen einzigen Kriechversuch gemessen werden können, gilt hier nicht.

Wesentlich besser geeignet als das Potenzgesetz (6) ist der theoretisch begründbare Exponentialansatz (Ilshner /24/)

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A_2 \exp (V \sigma / (kT)) \quad (8)$$

V: Aktivierungsvolumen A_2 : Konstante
k: Boltzmannkonstante

Abb. 24 enthält entsprechend Gl. (8) die Auftragung $\log \dot{\epsilon}_{\min} = f(\sigma/(kT))$. Die Ergebnisse für jeder Temperatur lagen auf je einer Geraden mit guter Korrelation ($r^2 = 0,962$ bei 800°C , $r^2 = 0,979$ bei 950°C) und übereinstimmenden Steigungen ($V = 1,58 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$ bei 800°C , $V = 1,74 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$ bei 950°C).

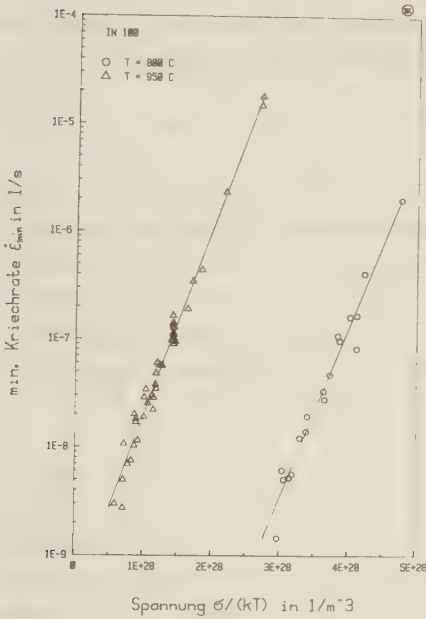


Abb. 24: Auftragung der minimalen Kriechrate für Neumaterial über einer linearen Spannungsachse

3.3 Temperaturabhängigkeit der Kriechrate

Da die Kriechrate durch thermische aktivierte Prozesse mitbestimmt wird, kann bei fester Spannung für die Temperaturabhängigkeit der Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ eine Arrhenius-Funktion angenommen werden:

$$\dot{\epsilon}_s = A_3 \exp (-Q/(RT)) \quad (9)$$

Die Aktivierungsenthalpie Q kann näherungsweise bei konstanter Spannung über Temperaturwechselversuche im stationären Bereich ermittelt werden aus

$$Q = \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial (1/T) \quad (10)$$

Bedingung für das Verfahren ist, daß die Konstante A_3 nicht weitere stark temperaturabhängige Terme enthält. Untersuchungen an mehrphasigen Werkstoffen zeigen gelegentlich, daß die formal nach Gl. (9) bzw. (10) bestimmten Aktivierungsenthalpien Q nicht notwendigerweise werkstoffspezifischen Konstanten sind, sondern selbst von der Temperatur abhängen können (Ilchner /24/). Um diesen Sachverhalt zu überprüfen, sind die verfügbaren Daten für die formal bestimmte Aktivierungsenthalpie Q der Legierung IN 100 in Abb. 25 über der Temperatur aufgetragen.

Die Ergebnisse waren nicht einheitlich. Die eigenen Meßwerte (runde Symbole) umfaßten Daten aus Temperaturwechselversuchen und einer Auswertung von Abb. 21. Die Werte aus Temperaturwechseln (offene Kreise) ergaben nach Berechnung der eingetragenen Ausgleichsraten und Auswertung des zugehörigen Vertrauensintervalls eine konstante Aktivierungsenthalpie $Q = 570 \pm 37 \text{ kJ/mol}$ im Temperaturbereich 800°C bis 950°C . Die eingezeichneten Punkte sind Mittelwerte aus 2 bis 6 Temperaturwechseln. Die Fehlerbalken geben die jeweilige Standardabweichung s an.

Aus der Erhöhung der minimalen Kriechrate von 800°C auf 850°C und von 900°C auf 950°C bei konstanter Spannung in Abb. 21 wurde Q ebenfalls abgeschätzt (ausgefüllte Kreise). Die statistische Sicherheit der Auswertung war mäßig, da nur jeweils 2 Meßpunktpaare zur Bestimmung von Q vorlagen. Der ermittelte Wert bei hoher Temperatur fiel deutlich aus dem Streuband heraus. Für einphasige

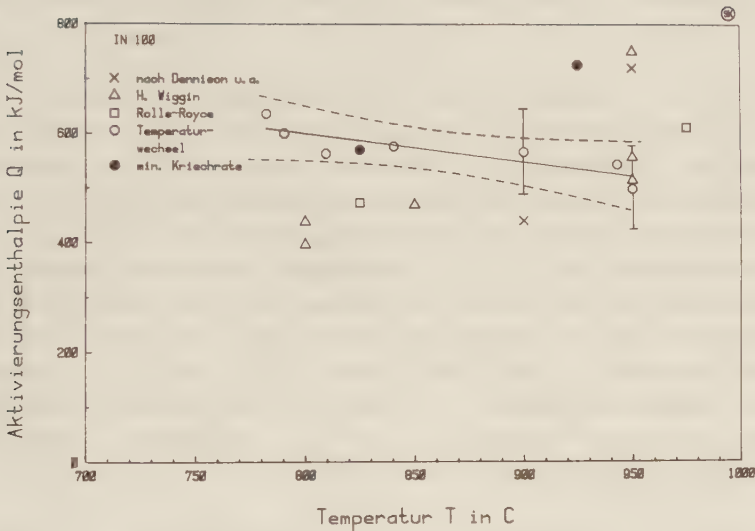


Abb. 25: Scheinbare Aktivierungsenthalpie Q
über der Temperatur

Werkstoffe liegt die Aktivierungsenthalpie des Kriechens häufig nahe dem Wert der Selbstdiffusion (für Reinnickel $Q = 275 \text{ kJ/mol}$ nach Askill /29/). Die formal bestimmten Aktivierungsenthalpien des Kriechens von IN 100 waren demgegenüber doppelt so groß. Dies ist kein ungewöhnlicher Effekt für solche Legierungen. Leverant /16/ nennt $Q = 690 \text{ kJ/mol}$ bei 760°C für Einkristalle der Legierung MAR-M 200. Eine Deutung dieses Effektes enthält Abschnitt 4.4.1.

Eine weitere einfache Abschätzung von Q ist über die Zeitstanddiagramme der Werkstoffhersteller möglich /30/, /31/ (Quadrate, Dreiecke in Abb. 25). Bildet man aus diesen Daten die Mittelwerte für die Temperaturen um 800°C und 950°C , dann sagen diese Zeitstandkurven voraus, daß die Aktivierungsenthalpie von etwa $Q = 610 \text{ kJ/mol}$ bei hohen Temperaturen auf $Q = 440 \text{ kJ/mol}$ bei niedrigen Temperaturen absinkt. Auffällig ist der hohe Wert $Q = 750 \text{ kJ/mol}$ nach Wiggin /30/ bei 950°C . In den Diagrammen sind keine bzw. wenige diskrete Meßpunkte dargestellt. Möglicherweise werden die Ergebnisse für Q stark durch das

Verfahren bestimmt, mit dem die Meßwerte zu den vorliegenden Zeitstandkurven interpoliert wurden.

Dennison u.a. /5/ ermittelten aus Temperaturwechselversuchen, daß die Aktivierungsenthalpie innerhalb des kleinen Temperaturintervalls 900 °C bis 950 °C von 440 kJ/mol auf 720 kJ/mol ansteigt (Kreuze in Abb. 25). Der Vergleich dieser Werte mit allen übrigen Aktivierungsenthalpien zeigt eigentlich nur, wie fragwürdig Deutungen des Kriechverhaltens sind, die sich auf Unterschiede in den Werten von Q z.B. bei verschiedenen Temperaturen berufen. Die Streuung und die Unterschiede der vorliegenden Daten sind beträchtlich. Die Ergebnisse hängen stark von experimentellem Aufwand, Auswerteverfahren und Umfang der Messungen ab. Eine sinnvolle Anwendung von Gl. (9) ist darin zu sehen, die Temperaturabhängigkeit der Kriechrate eines Werkstoffs durch eine Aktivierungsenthalpie wiederzugeben, die über einen umfangreichen, statistisch repräsentativen Satz an Kriechkurven berechnet wurde.

Eine derartige Auswertung enthält Abb. 26 mit Auftragung $\ln \dot{\epsilon}_{\min} + Q/(RT) = f(\sigma/(kT))$ entsprechend

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A_4 \cdot \exp (V\sigma/(kT)) \cdot \exp (-Q/(RT)) \quad (11)$$

wobei für die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate vom geeigneten Ansatz (8) ausgegangen wurde. Es sind Meßwerte aus 64 Kriechversuchen bei 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950 °C für Neumaterial eingetragen. Die Punkte liegen auf einer Geraden mit sehr guter Korrelation $r^2 = 0,997$ (anzupassende Konstanten: $V = 3,95 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$, $Q = 713 \text{ kJ/mol}$, $A_4 = 1,094 \cdot 10^{21} \text{ s}^{-1}$). Nachteil von Ansatz (8) ist, daß er ebenfalls eine Temperaturabhängigkeit enthält. Spannungs- und Temperaturabhängigkeit werden in Gl. (11) nicht durch getrennte Terme beschrieben. Die Zahlenwerte für das Aktivierungsvolumen V weichen daher voneinander ab, wenn sie bei konstanter Temperatur (Abb. 24) oder über ein breites Temperaturintervall (Abb. 26) bestimmt werden.

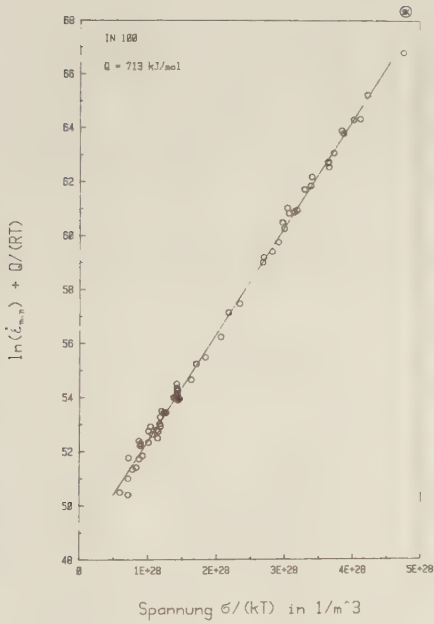


Abb. 26: Temperaturkompensierte
minimale Kriechrate von
Neumaterial über der
Spannung $\sigma/(kT)$

3.4 Duktilität im Kriechversuch

Als Maßzahl für das plastische Verformungsvermögen eines Werkstoffs im Kriechversuch ist die Bruchdehnung ϵ_B geeignet. In Abb. 27 wurde die Bruchdehnung von IN 100 gegen die Spannung aufgetragen. Die Streuung war beträchtlich. Die Meßwerte variierten zwischen 0,3 % und 11 % plastischer Verformung bis zum Bruch. Bei 800 °C war die Duktilität des Werkstoffs gering, die Bruchdehnungen lagen überwiegend bei 0,5 bis 2 %. Bei erhöhter Temperatur fiel die Mehrzahl der Meßpunkte in den Bereich $\epsilon_B = 2$ bis 6 %. Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Spannung und Duktilität kann aus diesem Diagramm nicht gewonnen werden. Drei kurze Kriechversuche bei 950 °C und $\sigma = 350 \text{ MN/m}^2$ deuteten mit Bruchdehnungen $\epsilon_B > 3$ % darauf hin, daß die verringerte Duktilität bei 800 °C eher durch die hohen Spannungen verursacht wurde als durch den Temperatureinfluß.

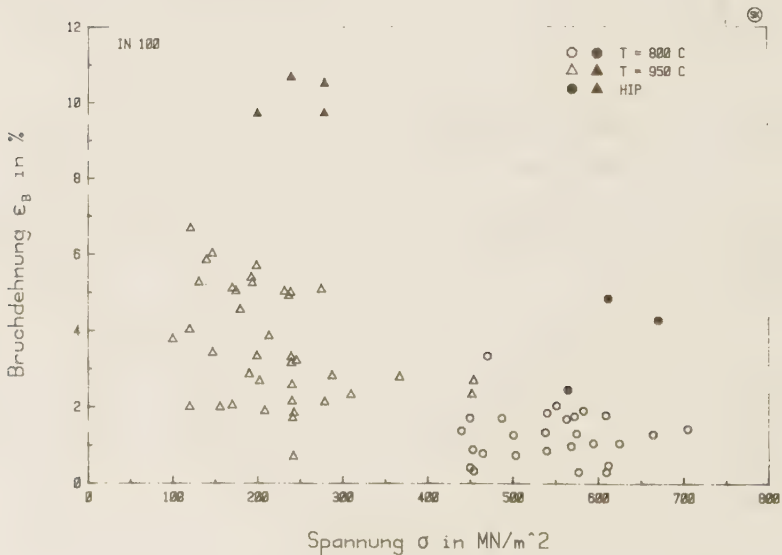


Abb. 27: Bruchdehnung ϵ_B über der Spannung von Neumaterial und heißgepreßten Proben bei 800 °C und 950 °C

Dem steht gegenüber, daß an reinem Ni_3Al (die Teilchen dieser Ordnungsphase sind für die Kriechfestigkeit der Legierung IN 100 verantwortlich) bei Temperaturen um 800°C ein Maximum der Fließspannung im Zugversuch gefunden wurde (Abb. 28 nach /33/), das mit einem Minimum der Duktilität einhergeht. Ursache für dieses Duktilitätsminimum bei mittleren Temperaturen sind keineswegs Korngrenzen, wie Zugversuche an Ni_3Al -Einkristallen zeigten (Abb. 28 nach /3/). Die Bruchdehnung verringert sich gegenüber den Raumtemperaturwerten um den Faktor 10, über 800°C steigt sie wieder an.

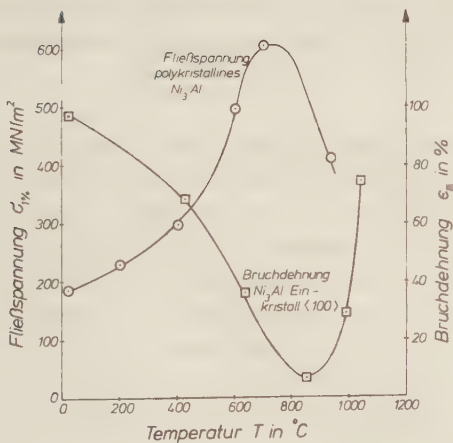


Abb. 28: Fließspannung von polykristallinem Ni_3Al nach /33/ und Bruchdehnung von einkristallinem Ni_3Al nach /3/ über der Temperatur

Die Bruchdehnungen des untersuchten Neumaterials fielen im Vergleich zu den Kennwerten der Hersteller und zu anderen Legierungen wenig vorteilhaft aus. INCO /32/ gibt für Warmzugversuche an IN 100 bis 1000°C Dehnungen $> 5\%$ an. Vergleichbare Gußlegierungen würden nach der gleichen Literaturstelle Bruchdehnungen von 10% erreichen.

Von dem Streuband für Neumaterial (offene Symbole in Abb. 27) heben sich die 7 Meßwerte für die heißisostatisch nachverdichteten Proben (gefüllte Symbole) günstig ab. Die Streuung erscheint besonders bei 950 °C stark eingeschränkt, die Bruchdehnungen liegen doppelt so hoch wie die günstigsten Werte von Neumaterial. 6 Proben, die der gleichen Wärmebehandlung unterzogen wurden, wie sie sich beim Heißpressen ergab, zeigten keine verbesserte Bruchdehnung (Werte zwischen 1 und 5 %) gegenüber Neumaterial. Durch die Nachverdichtung wurden folglich Gußfehler beseitigt (s. Abschnitt 5.1.1), die sich ungünstig auf die Festigkeitseigenschaften auswirken.

Im Betriebsfall sind wegen enger Bauteiltoleranzen keine Gesamtdehnungen der Turbinenschaufeln tragbar, wie sie in den vorliegenden Versuchen bis zum Bruch erreicht wurden. Die Schaufeln sind jedoch einer komplexen Beanspruchung ausgesetzt, so daß in kleinen Abschnitten des Bauteils starke lokale Verformungen auftreten können, die sich makroskopisch nicht bemerkbar machen. In diesem Fall sind hohe Verformungsreserven und damit große Bruchdehnungen des Werkstoffs unbedingt erforderlich.

Die nachgewiesene Streuung der Bruchdehnung an IN 100 war größer als bei hochwarmfesten Schmiedelegerungen. Diese Streuung geht in die Standzeit t_B ein. Bei 950 °C ist dieser Streueinfluß von geringerer Bedeutung als bei 800 °C. In Abb. 20 ist zu erkennen, daß die Kriechkurven für 950 °C im Bereich $\epsilon < 2\%$ nahezu identisch sind, auch wenn die Bruchdehnungen sehr unterschiedlich lagen. Dieser Abschnitt mit kleinen Kriechraten bestimmt die Standzeit des Werkstoffs. Die gesamte Versuchszeit hängt dann wenig davon ab, ob sich die Probe mit der hohen Kriechrate im folgenden Dehnungsabschnitt bis z.B. 3 % oder 5 % verformt. Die gleiche Argumentation gilt für die nachverdichteten Proben mit ihren günstigen Duktilitätswerten.

3.5 Zeitstanddiagramm

Wie die differenzierten Kriechkurven Abb. 16 zeigen, bestimmt der Bereich der niedrigsten Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ die Lebenszeit des Werkstoffs. Ein Ansatz zur Bestimmung der Lebensdauer kann daher z.B. vom Potenzgesetz (6) ausgehen. Auf Monkman und Grant /34/ geht eine empirische Beziehung zwischen Standzeit t_B und minimaler Kriechrate zurück:

$$\dot{\epsilon}_{\min}^m \cdot t_B = A_5 \quad (12)$$

wobei $m \approx -1$

Die Konstante A_5 hängt bei geometrisch ähnlichen Kriechkurven von der Bruchdehnung ϵ_B ab. Aus Gl. (12) folgt, das bei doppeltlogarithmischer Auftragung von minimaler Kriechrate und Standzeit eine Gerade mit Steigung $m = -1$ vorliegen sollte. Dies trifft für den untersuchten Werkstoff mit guter Näherung zu (Abb. 29). Da sowohl $\dot{\epsilon}_{\min}$ als auch t_B als abhängige Variable

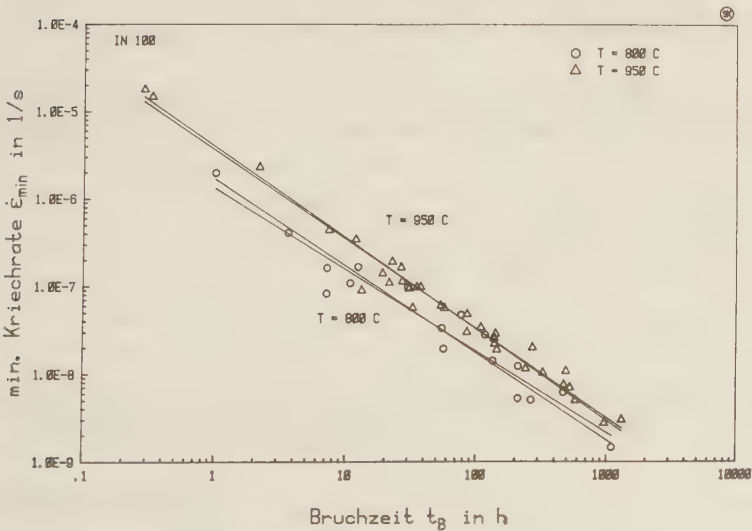


Abb. 29: Auftragung $\dot{\epsilon}_{\min} = f(t_B)$ entsprechend der Monkman-Grant-Beziehung

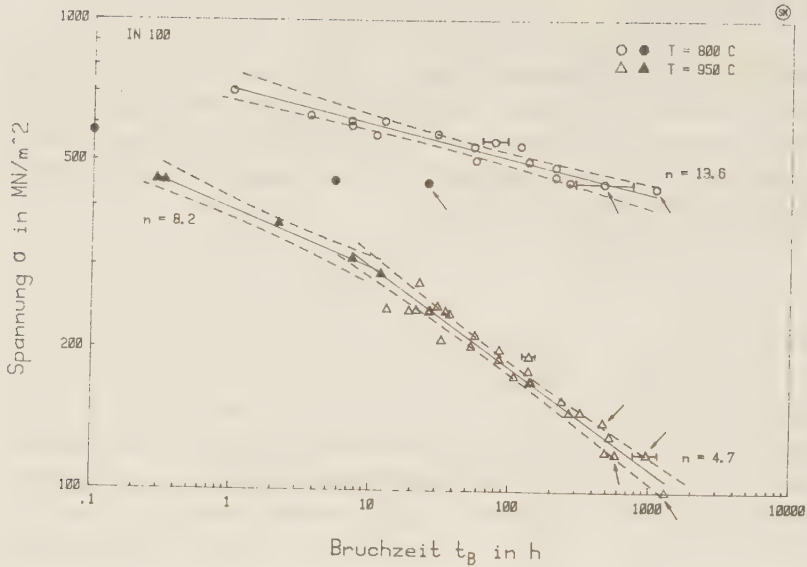


Abb. 30: Zeitstanddiagramm für Neumaterial bei 800 °C und 950 °C;
3 Meßpunkte von Proben mit Gußfehlern (gefüllte runde Symbole)

betrachtet werden müssen, wurden für jede Temperatur zwei Regressionsgeraden eingetragen. Der Mittelwert der Steigungen ergab $m = -1,042$ bei 800 °C und $m = -0,970$ bei 950 °C. Die Parallelverschiebung zwischen den Geraden bei 800 °C und 950 °C kann auf die unterschiedliche Duktilität in diesen Temperaturbereichen zurückgeführt werden.

Aus (6) und (12) folgt bei konstanter Temperatur:

$$t_B = A_6 \cdot (\sigma/G)^{-n} \quad (13)$$

Dies ist die Gleichung des traditionellen Zeitstanddiagramms $\sigma = f(t_B)$ in Abb. 30, in dem alle Ergebnisse für Neumaterial eingetragen sind.

Die Versuchswerte bei 800 °C konnten wie in Abb. 21 durch eine Gerade mit Steigung $n = 13,6$ im erfaßten Spannungsbereich angenähert werden. Drei Meßpunkte für 800 °C, dargestellt als gefüllte Kreise, lagen beträchtlich außerhalb des Vertrauensintervalls. Bei den angegebenen Spannungen fielen die

Standzeiten dieser Versuche um bis zu einem Faktor 100 gegenüber den Erwartungswerten zu niedrig aus. Diese Proben enthielten grobe Gußfehler. Bei den statistischen Berechnungen von Ausgleichsgeraden und Vertrauensintervallen wurden diese Versuche in allen Diagrammen nicht berücksichtigt, um eine beträchtliche Verzerrung der Kenngrößen zu vermeiden. Diese abweichenden Meßwerte kennzeichneten weniger den Werkstoff als ein gießereitechnisches Problem.

Bei 950 °C mußten wie in Abb. 21 die Ergebnisse abschnittsweise durch zwei Geraden mit unterschiedlichen Steigungen angepaßt werden. Der Spannungseponent n war auch hier keine Werkstoffkonstante, sondern erhöhte sich mit der Spannung von $n = 4,5$ auf $n = 8,2$. Der Potenzansatz (6) und das Zeitstanddiagramm sind damit für eine Extrapolation und Interpolation der Meßdaten nicht geeignet. Für technische Anwendungen des Zeitstanddiagramms ist nur der Bereich $n = 4,5$ mit hohen Standzeiten und niedrigen Spannungen von Bedeutung. Die bei MfU-München durchgeführten Versuche sind durch Pfeile gekennzeichnet und lagen mit einer Ausnahme im Bereich der Vertrauensintervalle.

Die eingetragenen Fehlerbalken schätzen die Unsicherheit in der Standzeit unter Berücksichtigung der absoluten Fehler für die Parameter Spannung und Temperatur ab. Diese Unsicherheiten lagen in der gleichen Größenanordnung wie die Breite der Vertrauensintervalle am Mittelwert der Meßpunkte. Die Reproduzierbarkeit der Parameter war allerdings deutlich besser, wie bereits in Abschn. 3.2 diskutiert.

Wie liegen nun die gemessenen Kennwerte für die Legierung IN 100 im Vergleich zu den Herstellerangaben? Das Zeitstanddiagramm Abb. 31 enthält die Geraden und Vertrauensintervalle der eigenen Meßwerte und eine Auswertung der spärlichen Daten dreier Quellen /4/, /30/, /31/. Die aufgetragenen Punkte wurden überwiegend kontinuierlichen, gekrümmten Zeitstandkurven entnommen. Diskrete Meßpunkte waren nicht eingetragen. Es bestand keinerlei Klarheit über den Umfang der Messungen, Streuungen, Art der Interpolation und ggf. der Extrapolation. Nach den Quellenangaben handelt es sich um Mindestwerte der Zeitstandfestigkeit.

Ein Vergleich der Quellenwerte zeigt, daß diese bereits unter sich wesentlich voneinander abweichen. Ob diese sogenannten Mindestwerte jeweils der

Unterkante eines Vertrauensintervalls entsprechen, ist nicht gesichert. Berücksichtigt man die größeren Meßunsicherheiten in den üblichen einfachen Zeitstandversuchen, kann von einer akzeptablen Übereinstimmung zwischen eigenen Messungen und Quellenangaben gesprochen werden. Bei 800 °C sagen die Herstellerangaben für Standzeiten größer als 100 h eine geringere Zeitstandfestigkeit als die eigenen Daten voraus. Dies deutet entsprechend der Abhängigkeit $n = f(\sigma)$ in Abb. 23 darauf hin, daß Versuche $t_B > 1000$ h durch eine Gerade mit kleinerer Steigerung als $n = 13,6$ angenähert werden müssen.

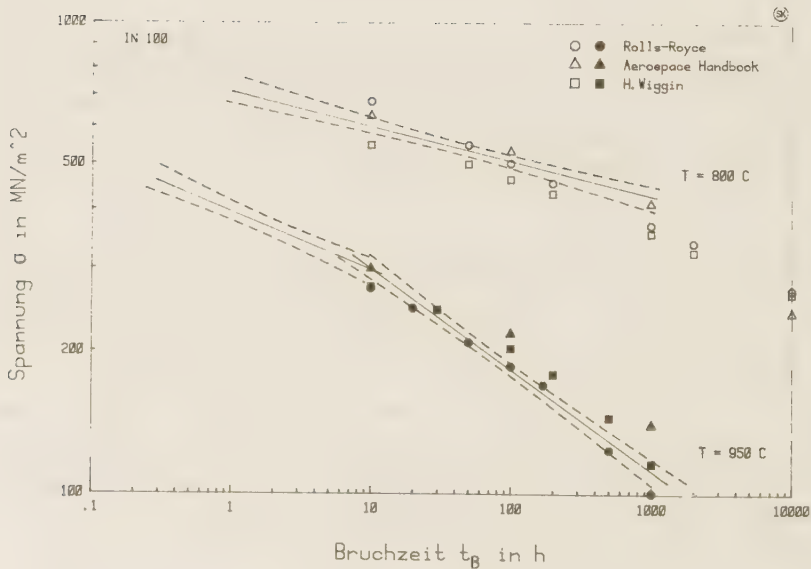


Abb. 31: Vergleich von Zeitstanddaten der Hersteller mit den Vertrauensintervallen von Abb. 30

Abb. 32 enthält neben den Vertrauensintervallen des Zeitstanddiagramms Abb. 30 weitere Ergebnisse der heißisostatisch nachverdichteten und der lösungsgeglühten Vergleichsproben. Bei 800 °C (offene runde Symbole) verbesserte sich die Lebensdauer durch Heißpressen nachhaltig. Ursache war die günstigere Duktilität gegenüber Neumaterial. Die minimale Kriechrate von heißgepressten Proben unterschied sich nicht von den Erwartungswerten für Neumaterial (Tabelle 3) nach Abb. 21. Nachdem aber die minimale Kriechrate über einen großen Dehnungsbereich bei den heißgepressten Proben stabil war (vergl. Kriechkurven von nachverdichteten Proben Abb. 18 mit Neumaterial Abb. 16a), fielen die Standzeiten deutlich besser aus.

Dies galt nicht für die Versuche bei 950 °C, die Meßwerte fielen in das Streuband für Neumaterial. Die minimalen Kriechraten (Tab. 3) bzw. die Kriechkurven (Abb. 20 enthält u.a. eine Kurve von heißgepresstem Material) stimmten zwar ebenfalls mit Neumaterial überein. Nachdem sich aber der

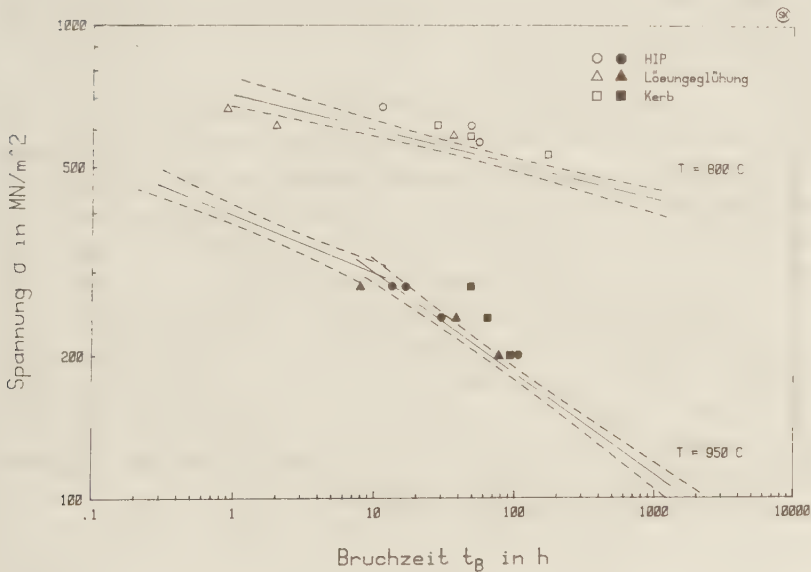


Abb. 32: Zeitstanddiagramm mit Meßwerten von nachverdichteten, lösungsgeglühtem und gekerbten Proben

Werkstoff durch Verformung entfestigte und sich die Kriechrate nach Dehnungen $> 2\%$ um mehr als den Faktor 10 erhöhte, konnte die größere Bruchdehnung keinen signifikanten Beitrag zur Lebensdauer leisten.

Die mit dem Heißpressen verbundene Wärmebehandlung wurde an 6 Zugproben des Neumaterials nachvollzogen. Es sollte überprüft werden, ob nicht die Wärmebehandlung allein die Werkstoffeigenschaften verbessern kann. Diese Proben waren weder in der Zeitstandfestigkeit (Dreiecke in Abb. 32) noch in der Duktilität (s. Abschnitt 3.4) günstiger als Neumaterial. Die z.T. ungewöhnlichen Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ und die Morphologie der Bruchfläche gaben Anlaß zu der Vermutung, daß bei einigen Proben die Wärmebehandlung nicht den Erwartungen entsprach. Es wurde nachträglich festgestellt, daß der verwendete Glühofen einen Temperaturgradienten enthielt, der vermutlich zu einer lokalen Übertemperatur an den Proben führte. Das Temperaturintervall zwischen Lösungsglüh-temperatur ($1220\text{ }^{\circ}\text{C}$) und Soliduspunkt ($1270\text{ }^{\circ}\text{C}$) von IN 100 ist so klein, daß Wärmebehandlungen, wie sie das heißisostatische Nachverdichten erfordert, nicht ohne Risiko sind. Bei Übertemperaturen kann der Werkstoff von der Oberfläche durch Eindiffusion von Fremdelementen über die Korngrenzen geschädigt werden.

Da für den Betrieb von Konstruktionsbauteilen nur kleine Änderungen der Abmessungen durch plastische Verformung zulässig sind, werden zur Auslegung sogenannte Zeitdehnlinsen verwendet. Hierbei wird die Zeit bis zum Erreichen einer fest vorgegebenen Dehnung als Funktion der Spannung dargestellt. Die Ergebnisse für die 1% -Zeitdehnlinsen in Abb. 33 entsprechend dem Verlauf der Zeitstandkurven in Abb. 30. Der Verformungszustand $\epsilon = 1\%$ fällt besonders bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ in unterschiedliche Bereiche der Kriechkurve, teilweise wurde diese Dehnung bis zum Bruch überhaupt nicht erreicht. Eine theoretische Beschreibung der Zeitdehnlinsen ist daher nicht einfach möglich. Ein empirischer Potenzansatz näherte sie trotzdem gut an. Die formal bestimmten Spannungsexponenten ($n = 15,6$ bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $n = 4,7$ bzw. $10,7$ bei $950\text{ }^{\circ}\text{C}$) wichen von denen des Zeitstanddiagrammes Abb. 30 kaum ab.

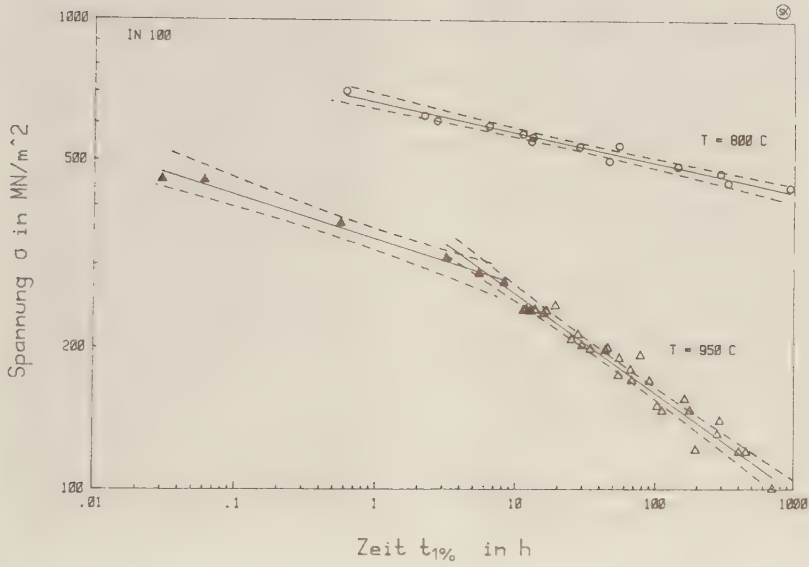


Abb. 33: 1% - Zeitdehnlinien für 800°C und 950°C

4. Mikrostruktur

4.1 Gefüge des Neumaterials

Das Korngefüge der Zugproben bestand im Querschliff aus globularen, groben Körnern. Teilweise lagen radial orientierte, lamellare Kornformen vor (Abb. 34), die sich häufig nur auf einem Bruchteil des Umfangs der Proben erstreckten. Die unterschiedlichen Kornanordnungen deuten darauf hin, daß die Erstarrungsbedingungen nach dem Gießen nicht ganz gleichmäßig waren. Die Größe der Körner lag zwischen 0,2 - 2 mm (mittlerer Wert: 1 mm).

Die Gußdendriten im Korninnern (Abb. 35) waren durch Karbide MC (kfz, $a_0 = 0,431 \text{ nm}$) mit der annähernden Zusammensetzung $(\text{Ti}_{0,85} \text{Mo}_{0,13} \text{Cr}_{0,02}) \text{C}$ markiert. Der Abstand der Dendritenäste betrug etwa 20 - 40 μm . Die Karbide MC belegten nur zu einem kleinen Teil die Korngrenzen (Abb. 36). Ihr Volumenanteil im Gefüge war mit 1 - 2 % relativ gering. Die Karbide MC waren meist gleichachsig und hatten kristallographisch orientierte Kanten. Die mittlere Größe der Karbide lag bei 5 - 10 μm . In der Berandung der Dendritenäste war Restschmelze als γ - γ -Eutektikum mit groben γ -Teilchen erstarrt (Abb. 36).

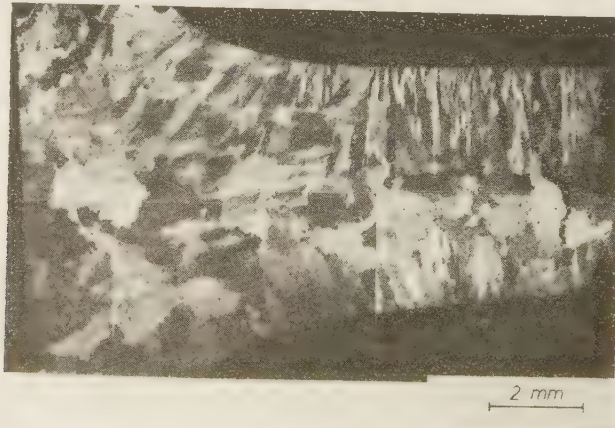


Abb. 34: Querschliff durch Zugprobe mit Korngefüge (Lichtmikroskop)

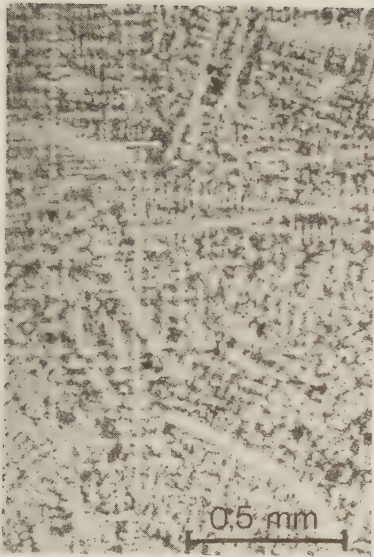


Abb. 35: Dendritisches Gußgefüge (Lichtmikroskop)

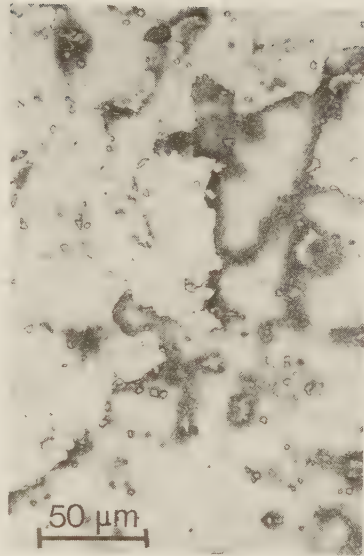


Abb. 36: Karbide MC und γ - γ' -Eutektikum im Neumaterial

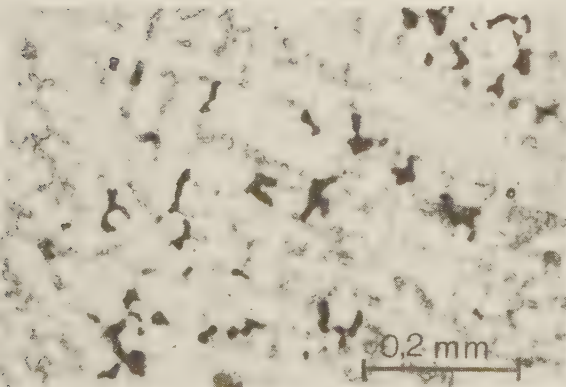


Abb. 37: Gußporosität (Lichtmikroskop)

Die Meßlängen der Gußrohlinge enthielten beträchtliche Anteile an Gußporosität (Abb. 37). Neben Probenabschnitten, die nahezu frei von Hohlräumen waren, fanden sich Bereiche mit Volumenanteilen bis zu 2,5 % Porosität im Gefüge (ausgewertete Fläche: 1 mm^2). Im ebenen Schliffbild traten sie dicht gehäuft im Bereich der dendritischen Restschmelzen auf, die Korngrenzen waren nur in Ausnahmefällen belegt. Die Gewindeköpfe der Proben waren weitgehend ohne Gußporen; im verengten Querschnitt der Meßlänge lagen offensichtlich ungünstigere Gießbedingungen vor.

Die Hochtemperaturfestigkeit der Legierung IN 100 beruht auf Teilchenhärtung durch Zusatz von Al und Ti und einem kleinen Beitrag durch Mischkristallhärtung. Die primär ausgeschiedenen Teilchen der geordneten γ' -Phase (Strukturtyp L_{12} , kfz, $a_0 = 0,359 \text{ nm}$, nominelle Zusammensetzung $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) waren voll kohärent und lagen im Gefüge überwiegend in Würfelform (mittlere Kantenlänge $d_0 = 0,5 \text{ }\mu\text{m}$) vor (Abb. 38). Die γ' -Phase von IN 100 löst sich vollständig ab $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ auf.

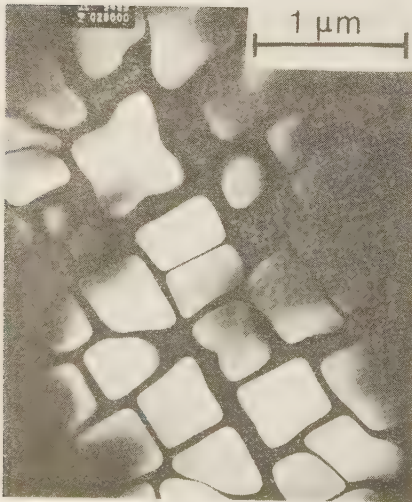


Abb. 38: Primäre und sekundäre Ausscheidungen der γ' -Phase (TEM, Dunkel-feld)

Die Würfelkanten der γ' -Teilchen sind in $\langle 100 \rangle$ -orientiert, wie durch Beugung im TEM nachgewiesen wurde. Man könnte vermuten, daß eine Anisotropie der Grenzflächenenergie γ_i zwischen Teilchen und Matrix für die Würfelform verantwortlich ist. Lee und Aaronson /35/ wiesen aber durch Rechnung nach, daß im kfz-Gitter die Grenzflächenenergie kohärenter Phasen ab $T/T_m = 0,5$ isotrop ist. Ursache für die Würfelform ist eher die Anisotropie der elastischen Eigenschaften in Verbindung mit der Gitterfehlpassung zwischen Matrix und γ' -Phase. Der Zener'sche Anisotropiefaktor $A = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12})$ beträgt für Reinnickel $A = 2,63$ (s. Anhang 8.2) und weicht vom isotropen Fall $A = 1$ beträchtlich ab.

Der Wert für den Anisotropiefaktor wird vermutlich durch die Temperatur kaum beeinflusst (s. Anhang 8.2). Die elastische Wechselwirkung zwischen den γ' -Teilchen ergibt die beobachtete zellige Anordnung (Abb. 38) der Teilchen (Ardell u.a. /36/).

Der Volumenanteil f_v der γ' -Phase wurde gravimetrisch über elektrochemischer Isolierung der γ' -Phase zu $f_v = 62\%$ bestimmt. Die Versetzungsdichte war im Neumaterial gering. Die Grenzfläche zwischen γ -Matrix und den groben γ' -Teilchen am Eutektikum enthielt Kohärenzversetzungen zur Anpassung der gering verschiedenen Gitterkonstanten. Zwischen den würfelförmigen γ' -Teilchen der primären Ausscheidungen wurden runde Sekundärausscheidungen der γ' -Phase mit Durchmesser 10 - 40 nm gefunden (Abb. 38).

Die Elementzusammensetzung von γ' -Phase und γ -Matrix wurde mit energie-dispersiver Analyse im TEM bestimmt (Tab. 4). Der hohe Co-Anteil in der Matrix senkt die Stapelfehlerenergie ab (Beeston /37/) und verbessert damit die Kriechfestigkeit der Legierung. Durch die kleinere Stapelfehlerenergie spalten sich die Versetzungen weiter in Partialversetzungen auf. Kletterbewegungen von Stufenversetzungen bei Kriechverformung sind damit stärker behindert.

Tabelle 4: Zusammensetzung von γ' -Phase und γ -Matrix in Atom-%
(energiedispersive Analyse im TEM)

	Ni	Co	Cr	Mo	Al	Ti
γ' -Matrix	44	22	26	2	3	1,5
γ -Phase	60	10	4	0,5	16	8



Abb. 39: Gealtertes Gefüge
nach 3000 h Glühzeit
bei 950 °C; Korn-
grenze mit $M_{23}C_6$
und γ' -Film belegt
(Lichtmikroskop)

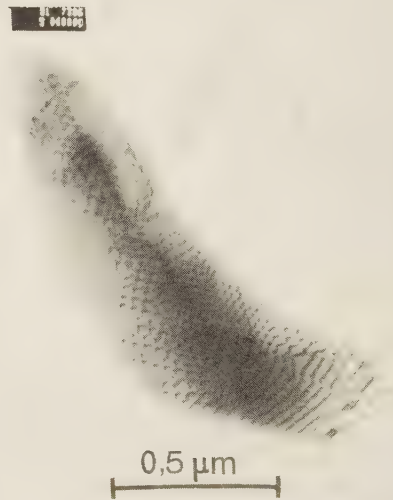


Abb. 40: Karbid $M_{23}C_6$
mit Kohärenzver-
setzungen (TEM)

4.3 Gefügestabilität bei Temperaturbelastung und Kriechverformung

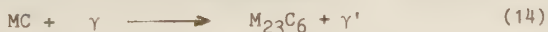
Temperatureinfluß

Der Einfluß der Temperatur auf das Werkstoffgefüge wurde ermittelt, indem Probenmaterial über Zeiten von 300 h bis 10 000 h isotherm bei den Versuchstemperaturen geglüht wurde.

Bei 800 °C war das Gefüge auch nach 10 000 h Glühzeit weitgehend stabil. Dies gilt besonders für die festigkeitsbestimmende primäre γ -Phase. Nach den langen Glühzeiten schieden sich entlang der Korngrenzen feinverteilte Karbide vom Typ $M_{23}C_6$ aus.

Im Temperaturbereich 800 °C bis 900 °C ist bei IN 100 die Entstehung versprödender σ -Phase durch langzeitige thermische Belastung möglich. Diese σ -Phase kann nach Ross /8/ die Standzeit bei Langzeitversuchen bis auf 10 % der Sollwerte reduzieren, ihre Entstehung ist daher unerwünscht. Nadelige σ -Phase wurde in einer Probe nach 3000 h Glühzeit bei 800 °C gefunden. Die Proben mit 10 000 h Auslagerungszeit waren dagegen frei von σ -Phase (s.a. Abschnitt Verformungseinfluß).

Bei erhöhter Temperatur 950 °C alterte das Gefüge beträchtlich, wie bereits durch lichtmikroskopische Untersuchungen nachgewiesen werden konnte (Abb. 39). Die Korngrenzen belegten sich dicht mit Karbiden $M_{23}C_6$ (kubisch, $a_0 = 1,071$ nm) der näherungsweise Zusammensetzung $(Cr_{0,94}Mo_{0,06})_{23}C_6$. Die langgestreckten Karbide belegten mehr als 50 % der Korngrenzenfläche; ihre mittlere Länge lag bei 2 bis 4 μm . Ihr Volumenanteil im Gefüge betrug zwischen 1 und 2 %. Die Karbide $M_{23}C_6$ entstanden durch folgende Reaktion nach /38/:



Diese Reaktion ist in Übereinstimmung mit der Beobachtung, daß sich die Karbide MC während der Glühungen auflösten. Durch (14) entstand beidseitig der Korngrenzen ein 4 μm dicker Film von γ' -Phase, die Karbide $M_{23}C_6$ waren hierin eingebettet (Abb. 39). Die Karbide waren semikohärent zur γ' -Phase, die Fehlpassung der Gitterkonstanten wurde durch Einbau von Versetzungen in die Grenzfläche kompensiert (Abb. 40). Die Fehlpassung erklärt die Entstehung der

Karbide auf den Korngrenzen und ihre langgestreckte Form. Die Keimbildung an den Korngrenzen ist erleichtert, die bevorzugte Wachstumsrichtung liegt aus energetischen Gründen in der Korngrenze. Im Korninnern entstanden im Bereich der ehemaligen MC-Karbide ebenfalls $M_{23}C_6$, eingebettet in Inseln von γ' -Phase (Abb. 41). Die Neubildung dieser γ' -Phase wird nachhaltig begünstigt durch die Verarmung der γ -Matrix an Chrom und der damit verbundenen relativen Anreicherung an Al und Ti. Die Keimbildung der Karbide ist im Korninnern an Versetzungen möglich .



Abb. 41: $M_{23}C_6$ in γ' -Inseln;
floßartige γ' -Phase in
Vorzugsorientierung
<100> nach 10 000 h
Glühung bei 950 °C
(Lichtmikroskop)

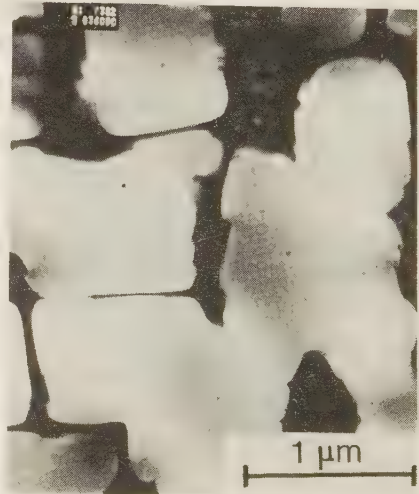


Abb. 42: γ' -Teilchen mit einge-
schnittenen Kohärenz-
versetzungen (TEM,
Dunkelfeld)

Die Würfelform der primären γ' -Phase blieb bei 950 °C nicht erhalten. Die γ' -Phase vergrößerte und löste sich um. Dabei entstand eine Anordnung, die im ebenen Schnitt als bänder- bzw. floßartige Struktur mit Vorzugsrichtung nahe $\langle 100 \rangle$ erschien (Abb. 41). Diese Umlösung setzte bei 950 °C erst nach Alterungszeiten von 1000 h deutlich ein. Der Vorgang ist bereits im Gefüge anderer vergleichbarer Legierungen beobachtet worden (/38/, /39/). Matteazzi, u.a. /40/ haben nachgewiesen, daß sich die Zusammensetzung von Matrix und γ' -Phase durch thermische Alterung bei hoher Temperatur nur unwesentlich ändert. Zur Erklärung dieser Instabilität der γ' -Phase müssen drei Effekte herangezogen werden:

- a) Ostwaldreifung
- b) Bildung von Stäben bzw. Platten der γ' -Phase durch innere Spannungen
- c) Entstehung eines Netzwerks von Kohärenzversetzungen auf der Phasengrenzfläche γ - γ' .

zu a)

Die Grenzfläche zwischen Matrix und γ' -Phase ist ausgesprochen stabil, wie der häufig extrem geringe Abstand c zwischen würfelförmigen γ' -Teilchen ($c < 30$ nm) und die Existenz schmaler γ -Bereiche in den γ' -Teilchen zeigte (Abb. 42). Auf diese Stabilität haben bereits Ardell, u.a. /36/ nach Untersuchungen an einer Ni-Modellegierung mit 6,7 Gew.% Al hingewiesen. Die Grenzflächenenergie γ_1 als treibende Kraft für Teilchenvergrößerung durch Ostwaldreifung ist für IN 100 mit $\gamma_1 = 0,042 \text{ J/m}^2$ gering (siehe Anhang 8.1). Da z.B. die Bildung der floßartigen Anordnung der γ' -Phase nicht allein durch Ostwaldreifung erklärt werden kann, ist es schwierig, die Ostwaldreifung quantitativ zu erfassen. Als Maßstab für die Ostwaldreifung kann der mittlere Durchmesser d der stabartigen γ' -Phase verwendet werden. Nach Auslagerungszeiten von 1000 h lag $d = 2 \text{ }\mu\text{m}$ vor. Dies ist der 4-fache Wert gegenüber der Kantenlänge der γ' -Würfel im Neumaterial.

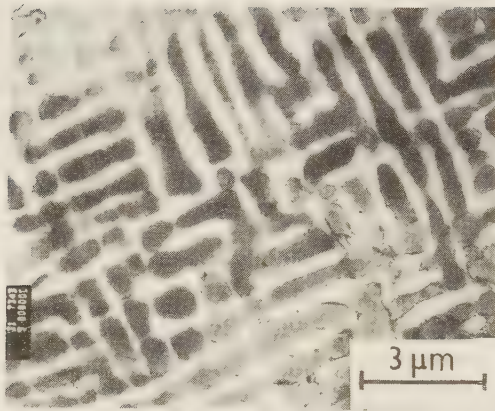


Abb. 43: γ' -Teilchen wachsen nach 1000 h Glühung bei 950 °C
zu Stäben $\langle 100 \rangle$ zusammen (TEM)

zu b)

Bei isothermer Auslagerung wachsen die würfelförmigen γ' -Teilchen zu Stäben in Orientierung $\langle 100 \rangle$ zusammen (Abb. 43). Hierbei stellen sich zwei zueinander senkrechte Vorzugsrichtungen ein (Abb. 41), die Stäbe ordnen sich parallel zu den Begrenzungskanten der großflächigen γ' -Insein (ehemaliges γ - γ' -Eutektikum) an. Bei diesem Vorgang wirken mehrere Faktoren zusammen. Treibende Kraft ist die elastische Verzerrungsenergie U_V , die von der Gitterfehlpassung δ zwischen Matrix und γ' -Phase herrührt. Diese Verzerrungsenergie ist kein Teil der Grenzflächenenergie U_i , denn es gilt im isotropen Medium für U_V pro Volumeneinheit nach Lee, u.a. /41/

$$U_V = 2 G \cdot \delta^2 \cdot (1 + \nu)/(1 - \nu) \quad (15)$$

mit $\delta = \Delta a / \bar{a}$

ν : Querkontraktionszahl

Δa : Differenz der Gitterkonstanten von γ -Matrix und γ' -Phase

$\bar{a}$: Mittelwert der Gitterkonstanten

Die Verzerrungsenergie U_v ist damit nicht von der Teilchenoberfläche abhängig.

Die würfelförmigen γ' -Teilchen liegen im Spannungsfeld der großflächigen γ -Inseln. Tien /17/ hat den Einfluß einer äußeren Spannung auf die γ' -Phase von Einkristallen der Legierung Udimet 700 bei 950 °C untersucht. Abhängig von der kristallographischen Belastungsrichtung und dem Vorzeichen der Belastung blieben die würfelförmigen γ' -Teilchen stabil oder lösten sich zu Stäben bzw. Platten um. Im vorliegenden Fall bestimmten die inneren Spannungen der γ' -Inseln Morphologie und Anordnung der γ' -Teilchen. Wie bereits Eshelby /42/ betonte, wird die Teilchenform nicht durch eine äußere Spannung beeinflusst, wenn die elastischen Konstanten von Matrix und Teilchen identisch sind. Die elastischen Konstanten von γ -Matrix und γ' -Phase sind aber hier unterschiedlich (s. Anhang 8.2.). Pineau /43/ diskutierte für das isotrope Medium die stabilen Teilchenanordnungen (Kugel, Platten, Stäbe) in Abhängigkeit von äußerer Spannung, Gitterfehlpassung der Teilchen und elastischen Eigenschaften von Teilchen und Matrix und fand Übereinstimmung mit den Messungen von Tien /17/. Der Einfluß elastischer Anisotropie kann jedoch nicht vernachlässigt werden. Mori, u.a. /44/ zeigten, daß die Verzerrungsenergie U_v bei der Orientierung von Stäben oder Platten in $\langle 100 \rangle$ (Stabachse bzw. Plattennormale) im Minimum ist.

Möglicherweise beeinflusst ein zusätzlicher kinetischer Effekt die beobachtete Anordnung der γ' -Phase. Wegen der Gitterfehlpassung lagerten sich an die γ' -Teilchen Versetzungen an (Abb. 44), die als Diffusionsbrücken zwischen den Teilchen wirkten. Diese Brücken beschleunigten das Zusammenwachsen der Teilchen in Vorzugsorientierungen gegeben durch die Versetzungsanordnung. Dies führt unmittelbar zum nächsten Abschnitt.

zu c)

Nach Glühzeiten von 3000 h lag auf der Grenzfläche der umgelösten γ' -Phase ein Netzwerk von Kohärenzversetzungen bedingt durch die Gitterfehlpassung vor (Abb. 45). Für eine optimale Verringerung der Gitterfehlpassung muß dieses Netzwerk aus Stufenversetzungen bestehen, deren Burgersvektor in der Ebene der Grenzfläche liegt. Lasalmonie und Strudel /45/ beschrieben ein Versetzungsmodell für dieses Netzwerk. Hierbei wird eine Stufenversetzung $b = a_0/2$ $[110]$ auf ein kugelförmiges Teilchen aufgelegt, das durch den

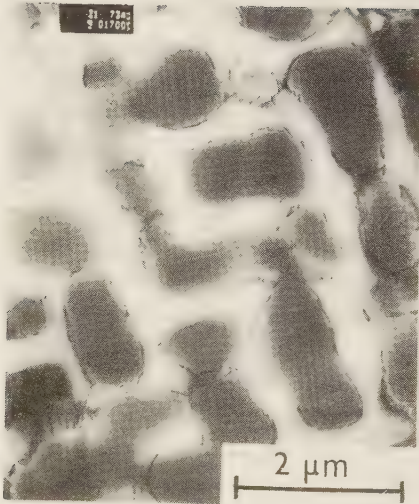


Abb. 44: Versetzungen als Diffusionsbrücken zwischen γ' -Teilchen nach 1000 h Glühung bei 950 °C (TEM)

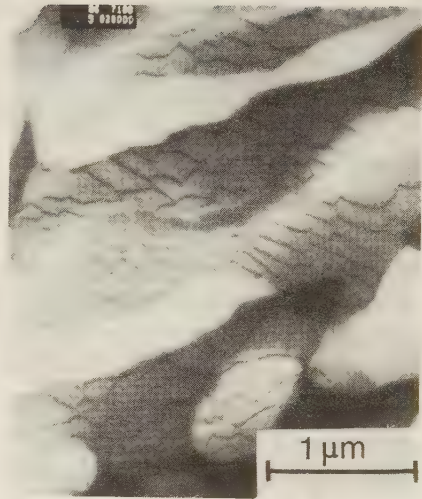


Abb. 45: Netzwerk von Kohärenzversetzungen auf Grenzfläche γ - γ' nach 3000 h Glühung bei 950 °C (TEM)

Kelvinpolyeder angenähert wird (Abb. 46). Diese nichtgleitfähige Versetzung windet sich über $\{100\}$ - und $\{111\}$ - Flächen. Weitere 5 Versetzungssysteme bedecken die übrigen Flächen des Polyeders und verbinden sich untereinander auf den Flächen (Abb. 47).

Diese Versetzungsanordnung konnte hier an IN 100 bestätigt werden. Es wurden die hexagonalen Versetzungswaben mit Dreifachknoten auf $\{111\}$ (Abb. 48) und Vierfachknoten auf $\{100\}$ (Abb. 49) nachgewiesen. Für eine zusätzliche Aufspaltung der Vierfachknoten entsprechend z.B. $[110] \rightarrow [011] + [101]$ in Knoten mit 3-facher Symmetrie wie in Abb. 47 eingetragen gab es keine Hinweise.

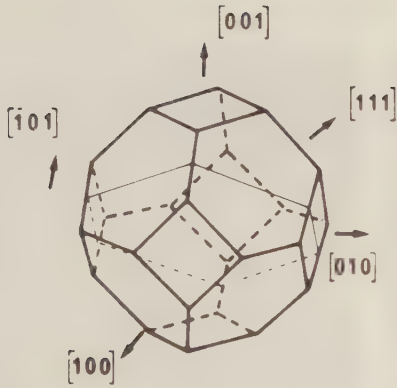


Abb. 46: Kelvinpolyeder mit
Versetzungsring
 $a_0/2$ $[110]$ nach /46/

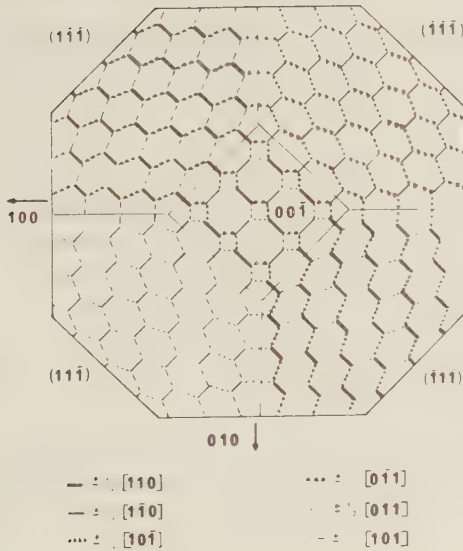


Abb. 47: Hexagonales und quadratisches Versetzungsnetzwerk auf Kelvin-
polyeder nach /46/

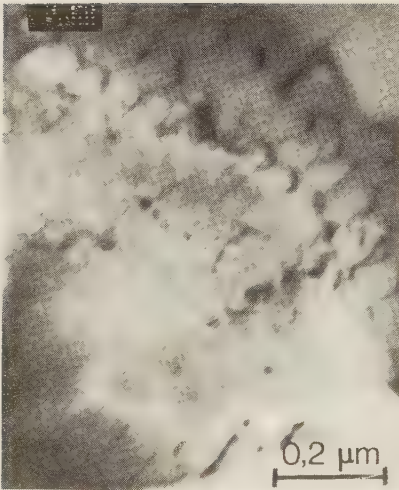


Abb. 48: Hexagonale Versetzungs-
waben nach Verformung
bei 950 °C (TEM)

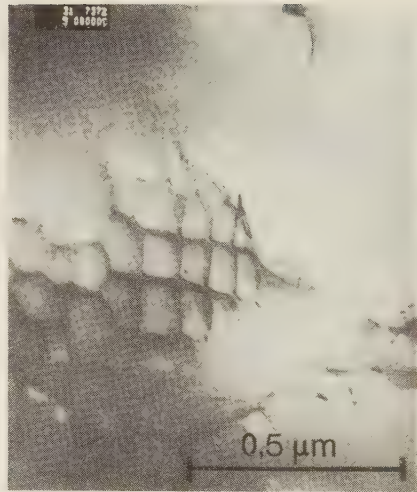


Abb. 49: Quadratisches Versetzungs-
netzwerk nach Verformung
(TEM)

Für die Entstehung der Kohärenzversetzungen sind auch ohne Verformungseinfluß mehrere Mechanismen denkbar. Notwendige Bedingung ist ein kritischer Mindestradius r_c des Teilchens, ab der sich eine Versetzung auf der Grenzfläche halten kann. Nach Brown /46/ gilt, wenn eine vorhandene Versetzung sich auf der Grenzfläche niederläßt:

$$r_c = b \cdot \left[\ln(8r_c/b) + (3 - 2\nu)/(4(1 - \nu)) \right] / \left[16 \cdot \pi \delta \cdot (1 - \nu) \right] \quad (16)$$

Der Fehlpassungsparameter kann nach Brooks /47/ aus der Maschenweite d_v des vollständig ausgebildeten Netzwerkes von Kohärenzversetzungen abgeschätzt werden zu

$$|\delta| = b/d_v \quad (17)$$

wobei hier $b = 2,54 \cdot 10^{-10}$ m ist.

Aus TEM-Aufnahmen wurde $d_v = 110 \text{ nm}$ und damit $|\delta| = 0,23 \%$ für IN 100 bestimmt. Es muß betont werden, daß dieser Wert der Fehlpassung für die Temperatur bei 950°C gilt. Der Parameter δ ist nach Loomis, u.a. /48/ temperaturabhängig. Messungen von δ bei RT durch Röntgenbeugung können damit nicht mit Ergebnissen aus Gl. (17) verglichen werden. Aus Gl. (17) kann das Vorzeichen der Fehlpassung nicht bestimmt werden. Nachdem aber bekannt ist, daß die Karbide M_{23}C_6 ein etwa 10% größeres Volumen einnehmen als ihre Metallatome im kfz-Kristall /49/ und M_{23}C_6 nur in γ -Phase entstand, kann geschlossen werden, daß die Gitterkonstante von γ' größer als von γ ist ($\delta > 0$).

Mit $v = 0,3$ (s. Anhang 8.2) folgt aus Gl.(16) $r_0 = 24 \text{ nm}$. Dieser kritische Radius liegt beträchtlich unterhalb der mittleren Teilchengröße der primären γ -Phase, Kohärenzversetzungen können sich auf diesen Teilchen dauerhaft festsetzen.

Da die Fehlpassung $\delta = 0,23 \%$ klein ist, scheidet eine spontane Entstehung von Kohärenzversetzungen durch "Punching" (s. Seitz /50/) aus. Hierfür ist nach Brown /46/ eine Fehlpassung $> 5 \%$ erforderlich. Die Kohärenzversetzungen können auch nicht durch Leerstellenkondensation am Teilchen entstehen, die hierfür notwendige Leerstellenkonzentrationen sind nicht erreichbar /46/. Die langen Glühzeiten von 3000 h bis zur Bildung des Versetzungsnetzwerkes deuten daraufhin, daß die Versetzungen in wenigen Versetzungsquellen (z.B. in den Korngrenzen) entstehen und sich durch Kletter- und Gleitbewegungen an die γ' -Teilchen anlagern.

Die Folge aus der Bildung des Versetzungsnetzwerkes ist, daß sich durch die Linienspannung der Versetzung die γ' -Teilchen bzw. γ' -Stäbe abrunden. Die kantige Würfel- bzw. Quaderform der γ' -Phase geht durch thermische Alterung verloren (Abb. 45). Bei hohen Vergrößerungen wurde im TEM beobachtet, daß sich die Kohärenzversetzungen in die Teilchen durch die Linienspannung einschneiden und kerbartige Rinnen im Teilchen bilden (Abb. 50). Dieser erstmalig gefundene Effekt kann prinzipiell zur Bestimmung der Grenzflächenenergie γ_i durch TEM verwendet werden (siehe Anhang 8.1).

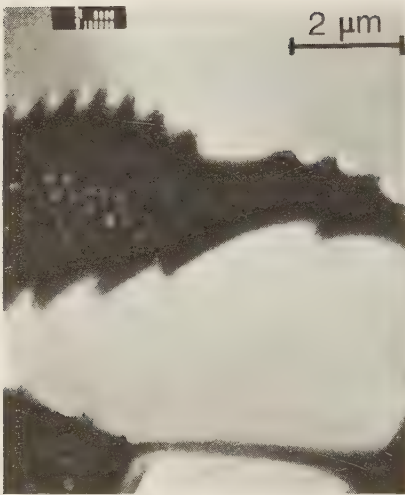


Abb. 50: Kohärenzversetzungen
des Netzwerks drücken
sich durch die Linien-
spannung in die γ' -Phase
ein (TEM)

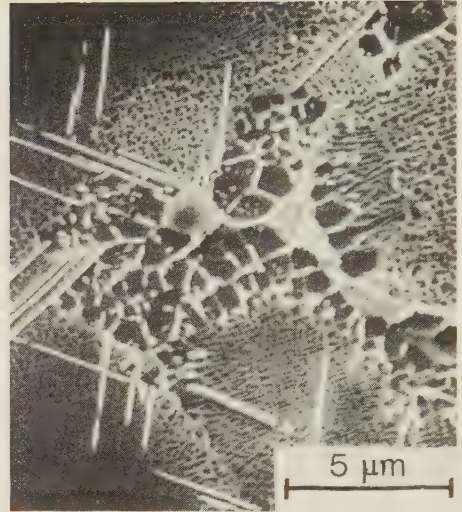


Abb. 51 a: Nadelige σ -Phase nach 210 h
Verformung bei 800 °C (REM)

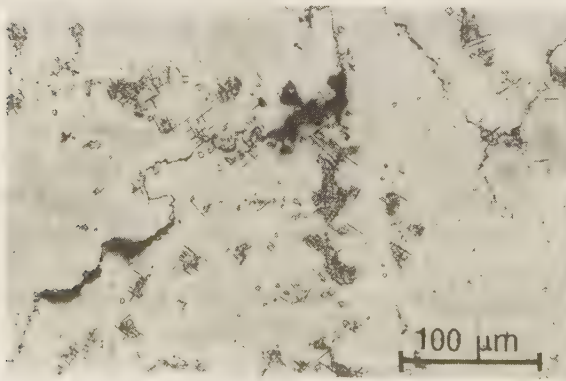


Abb. 51 b: Bildung von σ -Phase nach 760 h Verformung bei 800 °C

Verformungseinfluß

Nachden Verformungsversuchen bei 800 °C wurden hohe Versetzungsdichten im Gefüge gefunden. Form, Größe und Anordnung der γ' -Phase änderten sich wenig, die Würfelform der primären γ' -Teilchen blieb erhalten. In mehreren Proben mit Standzeiten kleiner als 200 h wurde σ -Phase, teilweise in erheblichem Volumenanteil nachgewiesen (Abb. 51). Die nachteiligen Folgen hinsichtlich der Standzeit bei Bildung von σ -Phase wurden bereits erläutert. Entstehungsort der σ -Phase waren die Bereiche des γ - γ' -Eutektikums. Verglichen mit den Langzeitglühungen bei 800 °C (Entstehung in einem Fall nach 3000 h) scheinen Spannung oder Verformung die Ausscheidung der σ -Phase zu begünstigen (Entstehung nach $t < 200$ h).

Ross /8/ hat nachgewiesen, daß wenig σ -Phase entsteht, wenn der Ti-Gehalt in IN 100 niedriger als 4,5 Gew. % liegt (Richtwert für Rene 100 von General Electric). Diese Spezifikation wurde hier eingehalten (s. Analyse in Tab. 2). Da σ -Phase nicht in jedem Fall gefunden wurde, waren für ihre Entstehung offensichtlich kleine Schwankungen in der Elementzusammensetzung von Probe zu Probe oder lokale Konzentrationsschwankungen verantwortlich. Machlin und Shao /51/ zeigten im Phasendiagramm von IN 100, daß vermutlich eine Verringerung des Mo-Gehaltes der effektivste Weg zur verringerten Bildung von σ -Phase ist.

Die Anfälligkeit für Bildung von σ kann über die Berechnung der N_V -Zahl beurteilt werden. Nach dem Rechenschema von Schubert /39/ galt $N_V = 2,66$ (Zugproben) und $N_V = 2,66$ (CT-Proben). Die zulässigen Grenzwerte nach /40/ $N_V = 2,25$ bzw. nach Collins /52/ $N_V = 2,49$ wurde für die Zugproben beträchtlich überschritten. Einige CT-Proben enthielten trotz des niedrigen N_V -Wertes ebenfalls geringfügig σ -Phase.

Das Gefüge der bei 950 °C verformten Proben entsprach dem des isotherm ausgelagerten Materials. Durch Verformung wurde die Umlösung der γ' -Phase zeitlich stark um den Faktor 100 beschleunigt. Ursache ist die Kurzschlußdiffusion zwischen γ' -Teilchen durch die hohe Dichte an Verformungsversetzungen, die für das Netzwerk von Kohärenzversetzungen zur Verfügung stehen. Versuchszeiten bis zum Bruch von 10 bis 50 h waren für Umlösungsvorgänge ausreichend, wie sie nach thermischer Alterung $t > 1000$ h gefunden wurden. Dieser Effekt wird besonders deutlich, wenn man verformte

Meßlänge und unverformten Kopf einer Probe vergleicht, die gleicher Temperatur über den gleichen Zeitraum ausgesetzt waren (Abb. 52). Es bestanden weitere wesentliche Unterschiede zwischen verformtem und isotherm ausgelagertem Material. Innerhalb eines Korn lag nur eine einzige Orientierung $[100]$ des floßartig angeordneten γ' vor. Diese Orientierung schien im Durchschnitt näher bei der Normalenrichtung der Zugachse zu liegen als bei der Zugachse selbst. Diese Vorzugsorientierung beruht auf dem Einfluß der äußeren Spannung, wie bereits im vorherigen Abschnitt diskutiert wurde. Durch die Umlösung wächst die γ' -Phase zu einem schwammartigen Skelett zusammen, in dessen Zwischenräume die Matrix eingelagert ist. Von einem Teilchengefüge kann hier nicht mehr gesprochen werden. REM-Untersuchungen von elektrolytisch tiefgeätzten Proben ergaben, daß die Oberfläche des γ' durchwegs konvex gekrümmt war. Die Anordnung der γ' -Phase entsprach damit eher Stäben als Platten.

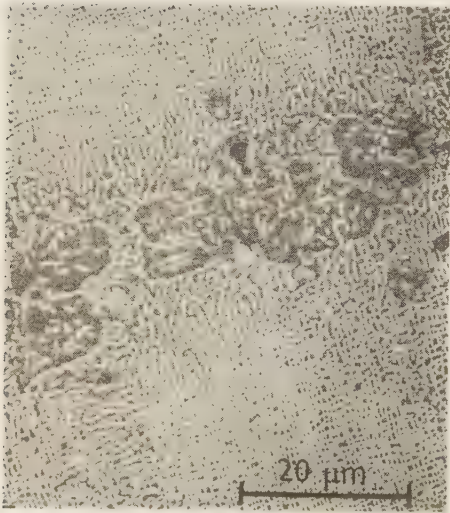


Abb. 52: γ' -Anordnung
a) in gering verformtem Probenkopf nach 240 h bei 950 °C mit würfelförmigen Teilchen ähnlich Neumaterial (REM)



b) floßartig nach Umlösung unter Verformungseinfluß (REM)



a)



b)

Abb. 53: Parallele Platten der γ -Matrix, $\{111\}$ -Gleitebenen; nach 1300 h Verformung bei 950 °C (REM)

a) tiefgeätzte Probe bei hoher Auflösung

b) Orientierungsunterschied bei zwei verschiedenen Körnern

Die Vergrößerung der γ' -Phase durch Ostwaldreifung spielte nur eine untergeordnete Rolle. Bei den Versuchen $t < 100$ h war der mittlere Durchmesser der γ' -Stäbe etwa 500 nm ähnlich der Kantenlänge der würfelförmigen γ' -Teilchen. Die Proben mit Standzeiten über 50 h enthielten ein ungewöhnliches Gefügemerkmal. Es wurden streng parallele Platten im mittleren Abstand 2 μm gefunden (Abb. 53). Ihre Orientierung wurde im TEM durch Auswertung von 15 Beugungsbildern nach Zuordnung zum entsprechenden Gefügebild mit $\{111\}$ identifiziert (Abb. 54). Diese Platten lagen in den Hauptgleitebenen der beweglichen Versetzungen.

Die Platten waren keine Ausscheidungen einer neuen Phase, sondern bestanden aus γ -Matrix. Der Nachweis erfolgte durch Beugung und energiedispersive Analyse im TEM. Bei elektrolytischer Tiefätzung mit einer wässrigen

Zitronensäure- und Ammoniumsulfatlösung wurden die Platten selektiv wie die γ -Matrix aufgelöst (Abb. 53). Die Platten können damit als bevorzugte Gleitebenen, d.h. als Gleitbänder für die beweglichen Versetzungen angesehen werden. Ihre Entstehung wird in Abschnitt 4.4.3 diskutiert. In jedem Korn lag jeweils nur eine einzige Orientierung (111) vor (Abb. 53b). Die Gleitbänder erstreckten sich nach langen Versuchszeiten von Korngrenze zu Korngrenze, durchschnitten aber nie die großflächigen γ' -Inseln. Einzelne Gleitbänder wurden bereits nach einer Dehnung $\epsilon = 0,3\%$ im Minimum der Kriechrate nachgewiesen.

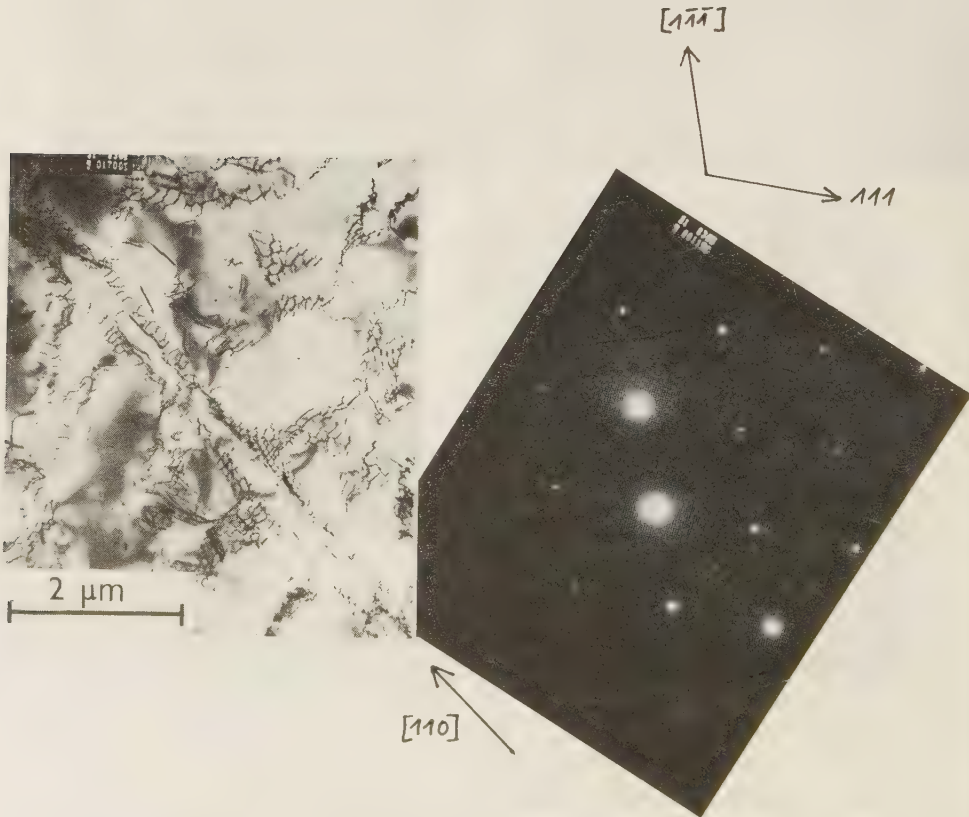


Abb. 54: γ -Gleitband in Orientierung $[110]$ (TEM)

Die würfelförmigen γ' -Teilchen der heißgepreßten Proben waren nach Anlieferung beträchtlich größer ($d = 1 \mu\text{m}$) als bei Neumaterial. Diese groben γ' -Teilchen waren beständig gegen Umlösung bei den durchgeführten Versuchen bis 100 h. Die floßartige Anordnung stellt sich durch Verformung nicht ein.

Alle verformten Proben enthielten kleine sekundäre γ' -Ausscheidungen in etwa gleicher Größe und Verteilung (Abb. 48) wie das Neumaterial. Dies steht im Gegensatz zu Dennison u.a. /5/, nach deren Angaben lösen sich nach Verformung diese Teilchen auf.

4.3 Regeneration der Festigkeitseigenschaften

Es kann angenommen werden, daß die beschriebenen Gefügeänderungen in Zusammenhang mit der Instabilität der sekundären Kriechrate bei 950 °C stehen. Der Mechanismus dieser dehnungsabhängigen Entfestigung war bisher nicht geklärt. Eine Verschlechterung der Festigkeitseigenschaften, die auf Umlösungsvorgängen im Gefüge beruht, sollte durch eine geeignete Wärmebehandlung nach Verformung rückgängig gemacht werden können. Zur Regeneration des Teilchengefüges der γ' -Phase ist eine Glühung oberhalb der Löslichkeitsgrenze des γ' notwendig.

In Abb. 55 sind die Ergebnisse eines solchen Experimentes dargestellt. Der eingetragene Kriechversuch wurde nach jeweils 2 % plastischer Verformung unterbrochen. Nach dieser Dehnung erhöhte sich die Kriechrate gegenüber der minimalen Kriechrate beträchtlich. Die Probe wurde anschließend bei 1220 °C für 5 h geglüht und weiterverformt. Das ursprüngliche Verformungsverhalten wurde durch die Wärmebehandlung voll wieder hergestellt. Die minimalen Kriechraten stimmten sehr gut überein, die maximale Abweichung vom Mittelwert $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ betrug nur 5 %. Nach der zweiten Wärmebehandlung war die Probe im darauffolgenden Kriechversuch gebrochen. Die Schädigung des Werkstoffs durch Hohlräume und Risse, die durch eine Wärmebehandlung nicht ausheilen können, führte zum Werkstoffversagen.

Kumulierte Dehnung und Standzeit betrugen 5,4 % bzw. 57 h bis zum Bruch. Im Vergleich zum Erwartungswert der Zeitstandgerade (Abb. 30) war die Lebensdauer dieser Probe doppelt so hoch. Schätzt man die Lebensdauer der Probe ohne regenerative Behandlung aus Versuch 79 in Abb. 55 ab, indem man annimmt, daß sich die Kriechrate bei $\epsilon = 2\%$ bis zu $\epsilon_B = 5\%$ fortsetzt, erhält man eine Erhöhung der Lebenszeit um 43 % bedingt durch die regenerative Behandlung.

Da bei Turbinenschaufeln durch die vorhandenen Kühlbohrungen und die kleinen Querschnitte die Diffusionswege sehr kurz sind und die Lösungsglühung knapp unterhalb des Schmelzpunkts der Legierung erfolgen muß, können besonders bei wiederholten Wärmebehandlungen Fremdatome in die Korngrenzen eindiffundieren und den Werkstoff schädigen. Geeignete Schutzschichten gegen diese Schädigung innerhalb der Kühlbohrungen aufzubringen, dürfte kaum zu realisieren sein. Derartige regenerative Wärmebehandlungen können daher nur sinnvoll an Einkristallegierungen durchgeführt werden.

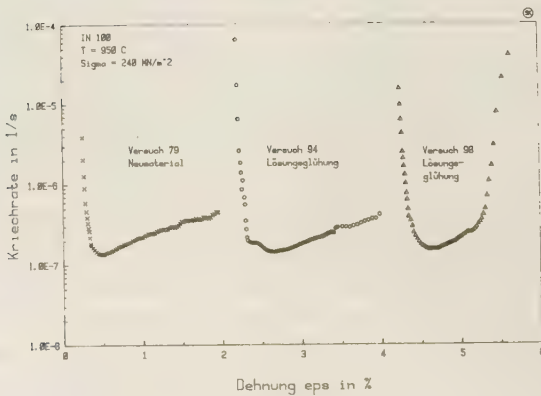


Abb. 55: Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ für Neumaterial und nach regenerativer Lösungsglühung der gleichen Probe

4.4 Verformungsmechanismen

4.4.1 Versetzungskriechen

Für eine Verbesserung der Festigkeitseigenschaften von teilchengehärteten Nickelbasis-Gußlegierungen ist das Verständnis der Verformungsmechanismen unumgänglich.

Die gewonnenen Meßergebnisse zeigen durch die starke Spannungsabhängigkeit der Kriechrate, daß sich IN 100 im untersuchten Temperatur- und Spannungsbereich primär durch Versetzungsbewegungen verformt. Die beobachteten Versetzungen hielten sich überwiegend in der γ -Matrix bzw. in der Grenzfläche γ - γ' auf. Die Teilchen der γ' -Phase stellen folglich wirksame Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar und sind damit für die Hochtemperaturfestigkeit von IN 100 verantwortlich.

Die Bewegung der Versetzungen kann durch zwei prinzipiell verschiedene Mechanismen erfolgen: Umgehen oder Schneiden der Hindernisse.

Das Umgehen der γ' -Phase kann als geschwindigkeitsbestimmender Schritt aus folgenden Gründen ausgeschlossen werden. Solange ein Teilchengefüge vorliegt (also bei niedrigen Temperaturen oder kurzen Kriechversuchen), wäre ein Umgehen nach Orowan /53/ denkbar. Die hierfür notwendige Mindestspannung

$$\tau_{\min} = 2 \cdot G \cdot b / c$$

(18)

kann aus der Versetzungsanordnung Abb. 56 abgeschätzt werden. Mit $c = 2\sqrt{2} \cdot c_0$, $b = a_0 / 2 \langle 110 \rangle$, dem Volumenanteil der Teilchen $f_v = 62 \%$ und der Kantenlänge $d = 500 \text{ nm}$ folgt $\sigma_{\min} = 2 \tau_{\min} = 230 \text{ MN/m}^2$. Dieser Schwellwert liegt wie erforderlich beträchtlich unter den Versuchsspannungen bei 800°C . Durch die Entstehung von Versetzungsringen um die Teilchen würde sich der Werkstoff rasch verfestigen und der Orowanmechanismus wegen der geringen Teilchenabstände zum Erliegen kommen. Eine thermisch aktivierte Verformung kann dann durch Kletterbewegungen der Versetzungsringe über die Teilchen erklärt werden. Dieses Klettern führt zur Auflösung der Ringe und steuert die Entfestigung. Wenn der eigentlich athermische Orowanmechanismus maßgeblich zur Verformung beitragen würde, sollte eine stark spannungsabhängige plastische

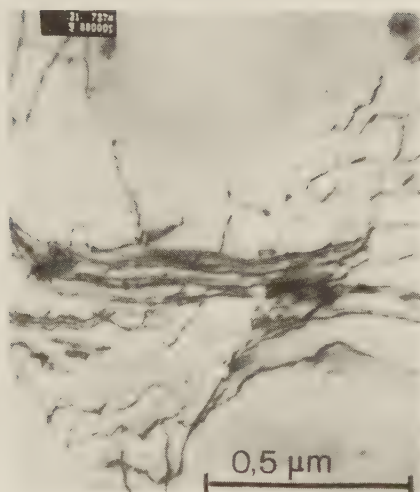


Abb. 57: Eng gekoppelte Versetzungspaare an γ' -Phase, 960 h verformt bei 950 °C (TEM)

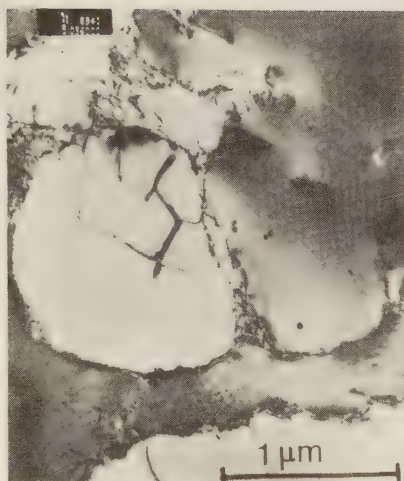


Abb. 58: Versetzungspaare in γ' -Phase, 106 h verformt bei 950 °C, Probe nachverdichtet (TEM)

Da die Burgersvektoren vollständiger Versetzungen in der geordneten γ' -Phase doppelt so groß sein müssen wie in der γ -Matrix, wird die γ' -Phase durch geeignet gekoppelte Versetzungen geschert. In der $L1_2$ -Ordnungsstruktur können verschiedene planare Gitterfehler vorliegen, so daß eine Reihe geeigneter Versetzungskonfigurationen denkbar ist (Kear /3/). Im untersuchten Temperaturbereich ist hier die Anordnung aus Versetzungspaaren $b = a_0/2 \langle 110 \rangle$ auf $\{111\}$ -Gleitebenen maßgebend (/3/, /13/). Bei Einschnitten in die γ' -Phase sollte sich der Paarabstand von Versetzungen auf gleicher Gleitebene erheblich durch die Antiphasengrenze (APG) verringern, die diese Anordnung aufspannt (Abb. 60). Der Gleichgewichtsabstand c_v zweier Stufenversetzungen kann durch eine einfache Gleichgewichtsbetrachtung abgeschätzt werden. Die abstoßende Kraft zwischen zwei Stufenversetzungen auf gemeinsamer $\{111\}$ -Gleitebene (Abb. 61a) ist nach Nabarro /55/

$$\tau = G \cdot b^2 / (2 \cdot \pi \cdot (1 - \nu) \cdot c_v) \quad (19)$$

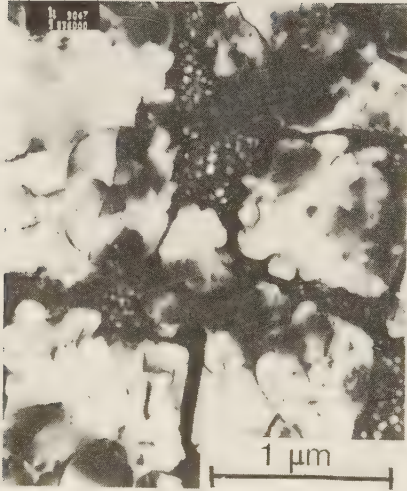


Abb. 59: Versetzungspaare in γ' -Phase in Kletterposition zueinander, heißgepreßte Probe nach 11 h Verformung bei 800 °C (TEM)

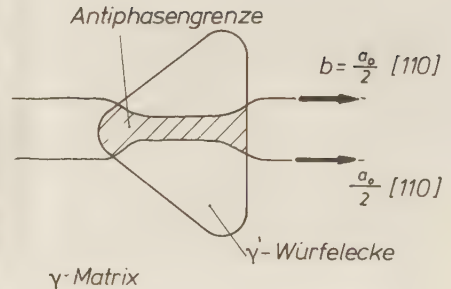


Abb. 60: Scherung der Würfecke eines γ' -Teilchens durch Versetzungspaar $a_0/2 \langle 110 \rangle$

Im Gleichgewicht mit der Stapelfehlenergie γ_{APG} gilt

$$c_v = G \cdot b^2 / (2 \cdot \pi \cdot (1 - \nu) \cdot \gamma_{APG}) \quad (20)$$

Für Paare von Schraubenversetzungen (Abb. 61 d) entfällt der Faktor $(1 - \nu)$ in Gl (20). Mit $\gamma_{APG} = 0,17 \text{ J/m}^2$ nach /25/, $G = 54 \text{ GN/m}^2$ und $\nu = 0,306$ bei 950 °C folgt $c_v = 4,7 \text{ nm}$ für Stufenversetzungen und $c_v = 3,3 \text{ nm}$ für Schraubenversetzungen. Die elektronenmikroskopisch ausgemessenen Paarabstände liegen mit $c_v = 15$ bis 20 nm erheblich höher, wobei die Abstände in γ' -Phase und γ -Matrix nahezu identisch sind. Der große Paarabstand in der γ' -Phase spricht dafür, daß sich die Versetzungen der γ' -Phase nicht auf gleicher

Gleitebene, sondern in Kletterposition zueinander befinden (Abb. 61 b,e). Da die Energie der Antiphasengrenze stark von der kristallographischen Orientierung abhängt, muß die APG nicht notwendigerweise in der Gleitebene liegen. Nach Flinn /56/ ist γ_{APG} für (001) im Minimum, sofern nur Effekte zwischen nächsten Nachbarn in der Atomanordnung berücksichtigt werden. Die Versetzungspaare in Kletterposition sind damit in der γ' -Phase nur durch diffusionskontrolliertes Klettern der APG gleitfähig (viskoses Gleiten, Abb. 61 c,f).

Wenn viskoses Gleiten von Versetzungspaaren $a_0/2 \langle 110 \rangle$ die Kriechrate bestimmt, sollte die Temperaturabhängigkeit der Kriechrate durch die Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion in der γ' -Phase gegeben sein. Hancock /57/ fand, daß die Diffusion von Ni in γ' etwa eine Größenordnung kleiner ist als die Selbstdiffusion von Ni in Ni. Die Aktivierungsenthalpien stimmen jedoch überein. Die formal bestimmten Aktivierungsenthalpien des Kriechens sind dagegen etwa doppelt so groß (s. Abschnitt 3.3).

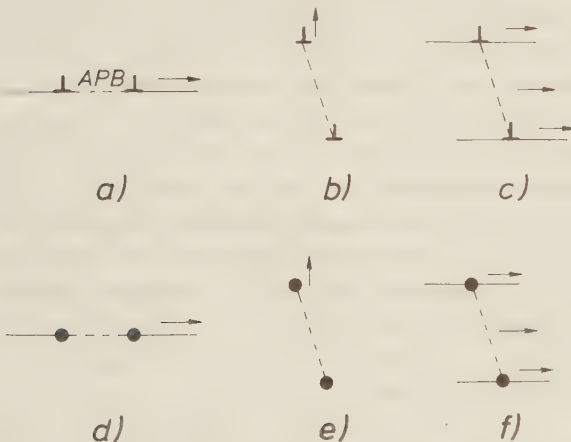


Abb. 61: Gekoppelte Versetzungsanordnungen
a,d) Gleiten auf gleicher Gleitebene
b,e) Kletterstellung mit APG
c,f) Gleiten mit Kletterbewegung der APG

Kear /3/ schlägt zur Erklärung vor, daß die Antiphasengrenze zwischen Versetzungs-paaren in starke Wechselwirkung mit Atomen des γ' -Mischkristalls tritt und damit unbeweglicher wird. Eine plausible Erklärung kann durch die Überlegung gefunden werden, daß die Klettergeschwindigkeit der APG durch zwei gleichzeitig stattfindende thermisch aktivierte Vorgänge bestimmt wird, deren Aktivierungsenthalpien dem Wert der Selbstdiffusion entsprechen. Diese beiden Vorgänge könnten die Diffusion an der APG und der Ordnungsgrad sein, denn neben der Diffusionsgeschwindigkeit der Atome muß die Zahl der Atome berücksichtigt werden, die für die Bewegung der APG diffundieren müssen. Elektrische Widerstandsmessungen von Corey und Lisowsky /58/ deuten allerdings an, daß massive Entordnung erst bei $T > 1050^\circ\text{C}$ einsetzt. Möglicherweise beeinflussen bereits kleine Änderungen des Ordnungsgrads die Beweglichkeit der APG entscheidend. Leverant, u.a. /59/ schlugen vor, daß lokale Entordnungsvorgänge in der Nähe der Versetzungs-paare möglich sind.

Im Abschnitt 4.1. wurde berichtet, daß sich das Netzwerk der Kohärenzversetzungen durch die Linienspannung in die γ' -Phase eindrückt. Dieser Vorgang legt den Gedanken nahe, daß Schneiden von γ' -Teilchen auch ohne Scherung möglich ist. Eine unter der Schubspannung an ein γ' -Teilchen anliegende Versetzung wird sich in das Teilchen eindrücken und es trennen, sofern die Energie der neugeschaffenen Oberfläche kleiner als die Arbeit ist, die durch Abgleiten gewonnen wird (Abb. 62). Dieser neuartige Schneidmechanismus soll im folgenden als Diffusionsschneiden bezeichnet werden. Der Winkel im Grund der Versetzungsrinne ergibt sich aus dem Gleichgewicht von Schubspannung und Grenzflächenenergie γ_i (ähnlich wie in Abschnitt 8.1 beschrieben), stellt aber keine Gleichgewichtsgröße für die Tiefe der Rinne dar. Die Peach-Koehler-Kraft P_x auf eine Versetzung in der Ebene $y = \text{const.}$ ist

$$P_x = \tau_{xy} \cdot b_x \quad (21)$$

Das Teilchen wird durch Diffusionsschneiden geteilt, wenn gilt

$$n \cdot P_x > \gamma_i \quad (22)$$

wobei n die Zahl der durchlaufenden Versetzungen ist. Mit $\gamma_i = 0,042 \text{ J/m}^2$ und $\tau_{xy} = 100 \text{ MN/m}^2$ fällt die Energiebilanz bereits nach Durchlauf von 3

Versetzungen $a_0/2 \langle 110 \rangle$ positiv aus, d.h. das Teilchen wird durchtrennt.

In Legierungen mit niedriger Stapelfehlerenergie können Versetzungspaare $a_0/2 \langle 112 \rangle$ durch Bildung eines extrinsischen und intrinsischen Stapelfehlers die geordneten γ' -Teilchen schneiden (Abb. 63). Dieser Mechanismus ist für Nickel-basislegierungen auf Temperaturen um 800 °C beschränkt (Leverant, u.a. /60/). Die daraus resultierenden Stapelfehler wurden nur selten beobachtet (Abb. 64).

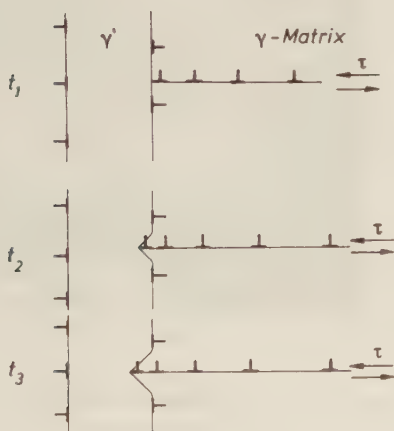


Abb. 62: Diffusionsschneiden eines stabförmigen γ' -Teilchens durch Umlösung der γ' -Phase; Versetzungsnetzwerk auf Phasengrenzfläche $\gamma - \gamma'$

Die beweglichen Versetzungen und die Kohärenzversetzungen auf der Grenzfläche $\gamma - \gamma'$ können elektronenmikroskopisch eindeutig unterschieden werden. Es stellt sich die Frage, welchen Einfluß das Versetzungsnetzwerk auf die Verformung hat. Pearson, u.a. /15/ schlugen vor, daß einzelne bewegliche Versetzungen mit Versetzungssegmenten auf dem Netzwerk bewegliche Paare bilden, die γ' -Teilchen schneiden. Da die Gleitebene der Kohärenzversetzungen eher in der Grenzfläche $\gamma - \gamma'$ als senkrecht zu ihr liegt (s. Abb. 62), ist eine geeignete günstige Anordnung unwahrscheinlich. Die Knotenabstände im Netzwerk sind gering und erfordern hohe kritische Schubspannungen. Die Netzwerke der Kohärenzversetzungen ähneln den Subkorn Grenzen in einphasigen Legierungen, auf die das Strickmodell der Kriechverformung angewendet wird (Blum, u.a. /61/). Wegen der geringen Wechselwirkung zwischen beweglichen Versetzungen und dem Netzwerk erscheint hier eine Anwendung des Strickmodells fragwürdig. Wird γ' -

Phase und damit das Netzwerk durch ein Versetzungspaar geschnitten, bilden sich Versetzungssprünge, die das Netzwerk auf die durch Scherung neugeschaffene Fläche erweitern.

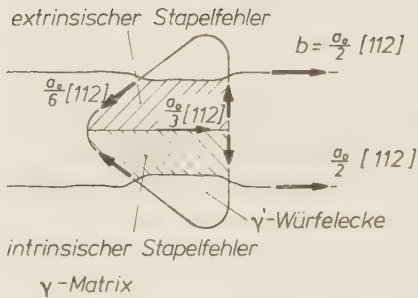


Abb. 63: Schneiden der Würfecke eines γ' -Teilchens durch Versetzungspaar $a_0 \langle 112 \rangle$

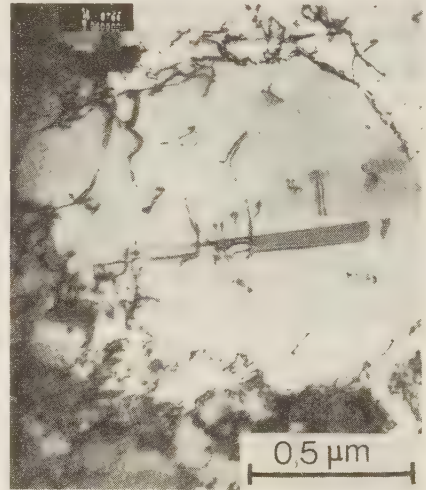


Abb. 64: Stapelfehler und Versetzungspaare in γ' -Phase nach 11 h Verformung bei 800 °C (TEM)

4.4.2 Korngrenzengleiten

Für eine Extrapolation der Kriechdaten zu hohen Temperaturen oder langen Standzeiten hin muß geprüft werden, ob in diesen Bereichen versetzungsgesteuertes Kriechen durch Diffusionskriechen (Korngrenzengleiten) abgelöst wird. Diese Verformungsmechanismen zeichnen sich durch eine geringe Spannungsabhängigkeit der Kriechrate aus. Bei Anwendung des Potenzansatzes (6) werden Spannungsexponenten zwischen 1 und 2 beobachtet (Langdon, Vastava /62/). Eine Extrapolation unter der Annahme von Versetzungskriechen wäre dann u.U. nichtkonservativ.

Mit vorhandenen Daten für Korngröße und Diffusion (Beere /63/) können prinzipiell die Kriechraten abgeschätzt werden, die sich aus den theoretisch hergeleiteten Ansätzen für Korngrenzengleiten nach Nabarro-Herring (/64/, /65/) und Coble /66/ ergeben. Die berechneten Kriechraten deuten an, daß diese Mechanismen erst ab Standzeiten in der Größenordnung $10^4 - 10^5$ h merklich zur Verformung beitragen können. Die Unsicherheiten bei dieser Berechnung sind aber für eine befriedigende Genauigkeit zu groß.

Die berechneten Kriechraten für Diffusionskriechen sind Maximalwerte und gelten, wenn Korngrenzengleiten leicht möglich ist. Bei der Bestimmung wird angenommen, daß die Korngrenzen ideale Quellen und Senken für Leerstellen sind, d.h. diese Diffusionsvorgänge sind an den Korngrenzen nicht behindert. Teilchen auf Korngrenzen, wie im vorliegenden Fall Karbide $M_{23}C_6$, können die Kriechraten drastisch senken /67/. Die starke Verzahnung des vorliegenden Korngefüges wird Diffusionskriechen ebenfalls hemmen. Wenn Korngrenzengleiten im technisch interessanten Temperatur- und Spannungsbereich erheblich zur Verformung beitragen würde, sollten wegen der groben Körner bereits bei relativ kurzen Versuchen bis zum Bruch kleine Abgleitungen der Korngrenzen zu beobachten sein. Es wurden daher in 2 Versuchen die Proben mit einem Goldraster der Maschenweite $17\text{ }\mu\text{m}$ bedampft und jeweils bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $t_B = 100\text{ h}$ verformt. Verschiebungen, die auf Abgleitvorgänge hindeuten würden, wurden weder am Goldraster noch durch eventuell vorhandene Abgleitstufen an Korngrenzen auf der Probenoberfläche im Schliff gefunden.

4.4.3 Ursachen für die Instabilität der sekundären Kriechrate bei hohen Temperaturen

In Abschnitt 3.1 wurde der Effekt erläutert, daß die sekundäre Kriechrate bei hohen Temperaturen nicht stabil ist. Der nachteilige Einfluß dieser Entfestigung auf die Standzeit von IN 100 ist offensichtlich. Ein Verformungsmodell, das dieses Verhalten korrekt beschreiben will, muß mehrere Beobachtungen berücksichtigen:

- Entfestigung bei Temperaturen über 850 °C
- Dehnungsabhängigkeit der Entfestigung
- Erhöhung der sekundären Kriechrate um Faktor 10 bis 30 ausgehend von $\dot{\epsilon}_{\min}$
- Gefüge nicht stabil

Die thermische Belastung im Kriechversuch allein und die hieraus resultierenden Gefügeänderungen waren nicht für die Entfestigung verantwortlich, wie zwei Kriechversuche mit $t_B = 80$ h mit Vorauslagerung der Proben in der Kriechapparatur bei 950 °C über 100 h zeigten. Eine der gewonnenen Verformungskurven ist in Abb. 20 eingetragen. Die minimalen Kriechraten entsprachen den Erwartungswerten, die sekundäre Kriechrate war wie bei Neumaterial in beiden Versuchen nicht stabil. Die Entstehung von Karbiden $M_{23}C_6$, des γ' -Films auf den Korngrenzen und der großflächigen γ' -Inseln verschlechterten die Kriechfestigkeit nicht, da die feinverteilte γ' -Phase im Korninneren die Bewegungsgeschwindigkeit der Versetzung bestimmt. Nach Kear /3/ ist diese Belegung der Korngrenzen für die Festigkeitseigenschaften sogar ein günstiger Effekt.

Dennison, u.a. /5/ geben an, daß die Vergrößerung und Formänderung der γ' -Teilchen für die Entfestigung von IN 100 maßgebend sind. Dies kann mit den vorliegenden Ergebnissen nicht bestätigt werden. Falls Teilchenvergrößerung durch Ostwaldreifung, die zeit- und nicht dehnungsabhängig ist, den Entfestigungsvorgang bestimmen würde, sollte der Verlauf der differenzierten Kriechkurve $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ von der Spannung und der Versuchszeit abhängen, wie es schematisch in Abb. 65 dargestellt ist. Bei kleinen Spannungen und großen Standzeiten wäre ein ausgeprägtes Minimum in der Kriechrate zu erwarten. Der Wendepunkt in der Kriechkurve, markiert mit der Zeit $t = 100$ h, würde immer bei der gleichen Zeit liegen. Dementsprechend wäre die Dehnung $\epsilon_{\min}$, bei der

die Kriechrate im Minimum ist, spannungsabhängig. Die gemessenen Kriechkurven können den Verlauf in Abb. 65 nicht bestätigen. In Abb. 66 ist die Dehnung $\epsilon_{\min}$, bei der $\dot{\epsilon}$ im Minimum ist, über der Spannung aufgetragen. Es ist nahezu keine Korrelation zwischen diesen Größen vorhanden ($r^2 = 0,22$), was nicht dem erwarteten Verlauf der Kriechkurven Abb. 65 entspricht. Tatsächlich wurde nachgewiesen, daß die Ostwaldreifung bei Versuchszeiten $t \approx 100$ h geringfügig ist (Abschnitt 4.2). Darüberhinaus zeigten die Versuche an heißgepreßten Proben mit dem deutlich größeren Teilchengefüge, daß die Kriechfestigkeit der Legierung unwesentlich von der Teilchengröße abhängt. Die minimalen Kriechraten von den heißgepreßten Proben stimmen mit den Erwartungswerten für Neumaterial bei 800 °C und 950 °C (Abweichungen nach oben um Faktor 2 - 3) überein (Tabelle 3). Diese Übereinstimmung galt auch für den Verlauf der Kriechkurven, gegeben durch die Entfestigung im sekundären Bereich (vgl. Abb. 16b und 19). Die größeren γ' -Teilchen der heißgepreßten Proben waren in Form und Anordnung stabil (keine Ostwaldreifung!). Der Entfestigungseffekt war trotzdem vorhanden.

Damit kann auch die floßartige Anordnung der γ' -Phase, wie sie sich nach Verformung einstellt, nicht die Entfestigung verursachen. Im Gegenteil hat eine derartige Gefügeanordnung beträchtlich bessere Kriecheigenschaften als ein Teilchengefüge (VerSnyder /68/). Abb 67 zeigt den Unterschied im Kriechverhalten (Lebenszeit wird um Faktor 5 verbessert) von beiden Gefügezuständen einer Experimentallegierung. Nach Pearson, u.a. /15/ kann das floßartige Gefüge die minimale Kriechrate um den Faktor 10 absenken. McLean und Quested /69/ äußerten nach Kriechversuchen an gerichtet erstarrtem MAR-M 246 Zweifel an der Vermutung, daß Teilchenvergrößerungen zu einem Festigkeitsverlust führt. Sie vermuten, daß sich die Kinetik der Erholung aufgrund einer Anhäufung von Schädigung beschleunigt, ohne diese Aussage im Detail zu vertiefen. Die Ergebnisse von Henderson und McLean /70/ an IN 738 LC lassen ebenfalls vermuten, daß die Teilchengröße keinen signifikanten Einfluß hat. Die Autoren nehmen an, daß die Bildung der Netzwerke an Kohärenzversetzungen ein beschleunigtes Klettern von beweglichen Versetzungen ermöglicht. Diese Erklärung erscheint nicht plausibel. Der geringe Einfluß von Kletterbewegungen in IN 100 wurde in Abschnitt 4.4.1 diskutiert. Die hochfeste Gefügeanordnung mit floßartigem γ' nach /15/, /68/ enthält ohne Nachteil diese Versetzungsnetzwerke. Die Versetzungen können diese γ' -Anordnung durch Klettern allein auf keinen Fall umgehen.

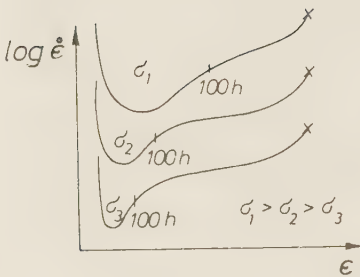


Abb. 65: Erwarteter Verlauf der Kriechkurven, wenn Ostwald-Reifung die Entfestigung im sekundären Bereich bestimmt

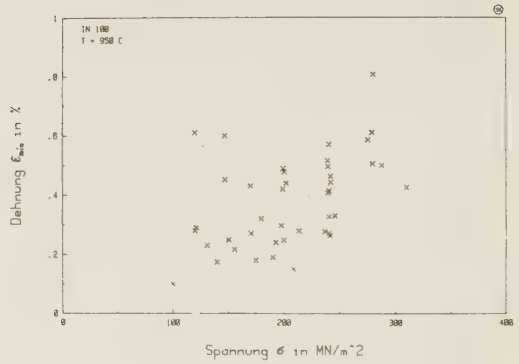


Abb. 66: Plastische Dehnung bis zum Erreichen der minimalen Kriechrate über der Spannung

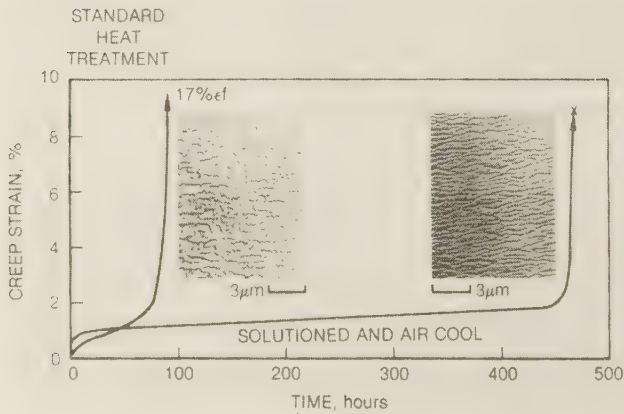


Abb. 67: Kriechkurven einer Experimentallegierung von Neumaterial (links) und mit floßartiger γ' -Phase (rechts) nach VerSnyder /68/

Eine Erklärung für die Instabilität der sekundären Kriechrate ist durch die Beobachtung möglich, daß sich durch Verformung γ -freie Gleitbänder im Gefüge bilden (Abschnitt 4.2). Diese Gleitbänder waren parallel mit einer Periode von 2 - 3 μm in den $\{111\}$ -Gleitebenen der Stufenversetzungen angeordnet. Versetzungen auf diesen Bändern können über die Distanz zwischen zwei Korngrenzen ohne den Hinderniswiderstand der γ' -Phase gleiten. Die mittlere Geschwindigkeit $\bar{v}$ der Versetzungen in der Grundgleichung

$$\dot{\epsilon} = b \cdot \rho \cdot \bar{v} \quad (23)$$

ρ : Versetzungsdichte

ist damit beträchtlich höher als bei Neumaterial. Im Idealfall sind für die Verformung eines polykristallinen Werkstoffs 5 Gleitsysteme zu aktivieren, um eine gegenseitige Anpassung der Körner ohne Hohlraumbildung zu ermöglichen (von Mises /71/). In Verformungsversuchen bei RT werden meist nur 2 bis 3 aktive Gleitsysteme beobachtet (Kocks /72/). Durch die Entstehung von Gleitbändern in einer Orientierung (111) tragen 1 bis 2 Gleitsysteme im Korn nur unwesentlich zur Kriechfestigkeit bei. Die verbleibende Festigkeit ist gegeben durch

- Mischkristallhärtung in der γ -Matrix
- Gleitsysteme ohne Gleitbänder
- Schneiden von Versetzungen
- γ' -Inseln (wurden von Gleitbändern nicht durchtrennt)
- Klettern von Versetzungen zu den Gleitbändern
- Klettern in den Korngrenzen bis zur Annihilierung

Es ergeben sich zwei Fragen:

- Wie entstehen die Gleitbänder?
- Warum wurden wenig oder keine Gleitbänder bei Versuchen mit $t_B < 100 \text{ h}$ gefunden, obwohl der gleiche Entfestigungseffekt wie bei langen Versuchen vorlag?

Zur Beantwortung dieser Fragen sollen zwei Verformungsmechanismen vorgeschlagen werden, die eine lokalisierte Bewegung der Versetzungen auf wenigen Abgleitebenen voraussetzen. Die Gleitbänder werden primär auf dem Gleitsystem in einem Korn entstehen, auf dem die größten Schubspannungen

wirken. Versetzungen werden sich bevorzugt auf den Gleitebenen mit Teilchenanordnungen geringen Schneidwiderstands bewegen. Versetzungsquellen können dabei im Korninnern, Versetzungssenken die Korngrenzen sein. In einer bevorzugten Ebene geschnittene Teilchen verlieren ihre Festigkeit mit dem Abscherungsgrad nach Durchlauf von n Versetzungspaaren (Abb. 68). Der Abfall der erforderlichen Schneidspannung folgt z.B. nach Reppich /73/

$$\tau \sim (d_{\max} \cdot \text{const.} - 1)^{1/2} / d_{\max} \quad (24)$$

$d_{\max}$: maximale Strecke des Versetzungssegments im Teilchen

Versetzungen aus parallelen Gleitebenen werden bevorzugt in die Ebenen mit verringerter Schneidspannung klettern bzw. quergleiten. Für die vollständige Abscherung von Teilchen $d_0 = 0,5 \mu\text{m}$ sind

$$n = d_0 / (2 \cdot b) \approx 1000 \quad (25)$$

Versetzungspaare erforderlich. Die kritische Schubspannung einer solchen Gleitebene ist dann im Minimum. Damit wäre auch verständlich, warum die Entfestigung im Kriechversuch weniger durch die Zeit als durch die Dehnung der Probe bestimmt wird. Dieser Mechanismus sagt eine Inkubationsperiode für die Dehnung voraus, ab der die Entfestigung einsetzt. Kleine Abscherungen der γ' -

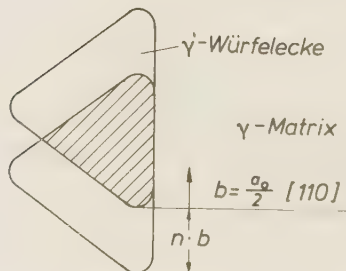


Abb. 68: Abscherung einer γ' -Würfecke durch n Versetzungen

Phase beeinflussen die kritische Schubspannung unwesentlich. Aus dem Abscherungsgrad $d_0 \approx 0,5 \mu\text{m}$ für vollständige Entfestigung der γ -Teilchen und dem Abstand der Gleitbänder $c = 2 \mu\text{m}$ kann die Probendehnung ϵ_c abgeschätzt werden, bei der das entsprechende Gleitsystem weitgehend entfestigt ist:

$$\epsilon_c = d_0 / (2 \cdot c) = 12,5 \% \quad (26)$$

Dieser Wert der kritischen Dehnung erscheint um den Faktor 5 zu groß. Bei Kriechversuchen an Neumaterial war die Entfestigung nach Dehnungen von 2 bis 3 % weitgehend abgeschlossen. Die hohe erforderliche Zahl an Versetzungen für diesen Entfestigungsmechanismus steht also nicht zur Verfügung. Damit ist auch keineswegs die Entstehung der breiten γ -Gleitbänder erklärbar.

Diese Erklärung ist möglich, wenn neben lokalisierter Scherung der γ' -Phase der in Abschnitt 4.4.1 vorgeschlagene Diffusionsschneidmechanismus wirksam ist. Versetzungen, die unter einer kleinen Schubspannung τ an einem γ' -Teilchen anliegen, dringen hierbei bei hoher Temperatur in das Teilchen durch Umlösung der γ -Phase ein (Abb. 62). Bei Erhöhung der Schubspannung auf einen kritischen Wert wird das γ' -Teilchen gesichert. Durch das Diffusionsschneiden sind erheblich weniger Versetzungen für eine vollständige Abscherung der γ' -Phase notwendig, als sie Gl. (25) voraussagt. Die Umlösung der γ -Phase wird beschleunigt. In den bevorzugten Gleitebenen wird eine dauernde Trennung der γ -Phase erreicht, die beobachteten γ -Gleitbänder entstehen. Durch die Grenzflächenenergie γ_i und die Linienenergie der Kohärenzversetzungen als treibende Kraft verbreitern sich die γ -Gleitbändern zeitabhängig und können bei größeren Versuchszeiten im REM und Lichtmikroskop aufgelöst werden.

Zur Unterdrückung der Entfestigung sollte daher die Grenzflächenenergie möglichst groß sein. Um die Teilchenvergrößerung durch Ostwaldreifung zu unterdrücken, ist jedoch eine kleine Grenzflächenenergie erforderlich. Hier muß legierungstechnisch ein befriedigender Kompromiß gefunden werden.

Bei den großflächigen γ' -Inseln ist wegen ihrer Größe eine ausreichende Scherung bzw. Durchdringung mit Versetzungen, um die Gleitbänder hindurchzuführen, nicht möglich. Diese γ' -Inseln können durch den Orowanmechanismus umgangen werden. Die entstehenden Versetzungsringe löschen sich durch Überklettern der γ' -Inseln aus bzw. lagern sich in die Grenzfläche γ - γ' ein.

5. Werkstoffversagen

5.1 Kriechbruch von glatten Zugproben

Nach dem gewonnenen Kenntnisstand gibt es keine einfache und einzelne Ursache für das Werkstoffversagen von IN 100 unter Kriechbedingungen. Die nachgewiesenen Ursachen für den Kriechbruch sind in Tab. 5 dargestellt und sind ihrer Bedeutung nach geordnet. Die Spalten Standzeit und Bruchdehnung geben Hinweise, wie der jeweilige Schädigungsmechanismus die mechanischen Kenngrößen beeinflusst. Die Standzeit bezieht sich relativ auf die Erwartungswerte im Zeitstanddiagramm Abb. 30.

Tabelle 5: Ursachen für das Werkstoffversagen und Einfluß auf die mechanischen Kennwerte; Standzeit bezieht sich relativ auf die Erwartungswerte für Neumaterial von Abb. 30

Ursache für Werkstoffversagen	Bruchdehnung in %		relative Standzeit
	800 °C	950 °C	
Kaltguß	< 0,5		0,01
Fremdeinschlüsse	< 1	< 3	0,01 - 1
Wärmebehandlung	0,5 - 2	2 - 5	0,3 - 2,4
Gußporen	1 - 2	3 - 6	0,8 - 1,2
Korngrenze/Karbide	> 2	> 10	1 - 4
Oxidation	?	?	?

5.1.1 Einfluß von Gußfehlern

Eine Probe enthielt vor dem Verformungsversuch einen großen Anriß (Kaltguß) in der Form ähnlich einer Kugelschicht, der ca. 30 % des tragenden Querschnitts der Probe einnahm (Abb. 69). Die nominelle Bruchdehnung im Kriechversuch bei 800 °C war mit $\epsilon_B = 0,3 \%$ klein, die Bruchzeit $t_B = 0,1$ h lag weit unterhalb des Erwartungswertes von 170 h. Dieser Kaltguß wäre eventuell gefunden worden, falls die bearbeiteten Zugproben erneut auf Oberflächenrissen hin geprüft worden wären.

Eine Reihe weiterer Proben aus Versuchen bei 800 °C zeichnete sich durch vergleichbar schlechte Kennwerte aus (Abb. 30). Auf den Bruchflächen dieser Proben wurden teilweise mit bloßem Auge hellglänzende Bereiche gefunden, die sich deutlich von der übrigen Bruchfläche abhoben (Abb. 70). Diese Bereich

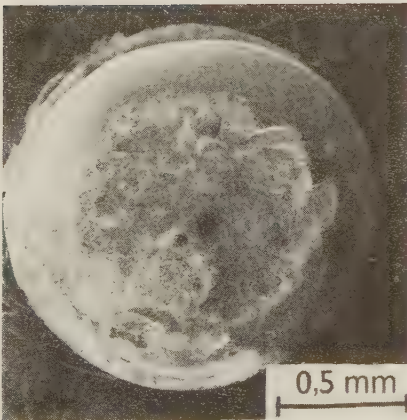


Abb. 69: Bruchfläche mit Kaltguß (glatter sphärisch gekrümmter Bereich), Versuch bei 800 °C (REM)

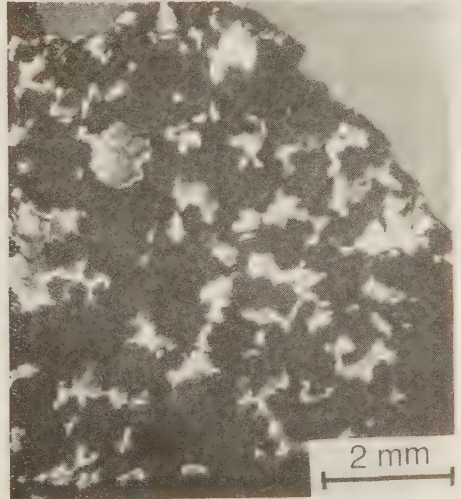


Abb. 70: Oxidische Fremdeinschlüsse (helle Bereiche) auf Bruchfläche, Versuch bei 800 °C (REM)

wurden durch energiedispersive Analyse im REM als schlackeartige Fremdeinschlüsse identifiziert. Die Einschlüsse enthielten hohe Konzentrationen von Al, Mo, Cu, Ti und Teilchen aus reinem MgO. Vermutlich gerieten in der Gießerei staubförmige Anteile der Ofenausmauerung oder der Keramikformen in die Schmelze. Die Partikel sind bei Größen um 0,2 mm zerstörungsfrei schwierig nachzuweisen. Durch ihre flächenhafte Anordnung stellen sie natürliche Anrisse dar. Die Bruchflächen zeigten in der Nähe dieser Einschlüsse Unregelmäßigkeiten. Im Normalfall waren die Bruchflächen relativ eben mit Normale in Richtung Zugachse. Das dendritische Gußgefüge war zu erkennen und der interkristalline Bruchmodus überwog. Im Fall der Proben mit Fremdeinschlüssen wurden transkristalline Bruchanteile beobachtet, die Spaltflächen lagen häufig in Richtung der Zugachse.

Je nach Flächenanteil am Gesamtquerschnitt wirkten die Einschlüsse auf Standzeit und Bruchdehnung (Tabelle 5). Kleine Einschlüsse verminderten nur die Duktilität, die Bruchzeiten fielen in die Streubänder Abb. 30. Insgesamt wurden auf den Bruchflächen von 9 Zugproben Einschlüsse nachgewiesen. In Tab. 6 sind den 7 Gußtrauben die jeweilige Zahl der Proben mit Einschlüssen und die Proben zugeordnet, die vom Hersteller als Ausschuß ausgesondert wurden. Ein systematischer Zusammenhang ist nicht zu erkennen. Die Proben mit Einschlüssen waren nicht etwa auf eine Gußtraube konzentriert.

Tabelle 6: Vergleich der Ausschußquote von Gußrohlingen beim Hersteller mit der Zahl der Proben, die Fremdeinschlüsse enthielten

Gußtraube Nr.	8	9	10	11	12	13	14
Ausschuß in %	10	20	25	15	30	40	45
Proben mit Fremdeinschl.	1	-	-	3	2	1	2

Der wichtigste Schädigungsmechanismus bei den durchgeführten Versuchen beruhte auf vorhandener Gußporosität. Die Ergebnisse des Zeitstanddiagramms Abb. 30 sind aus Probenmaterial gewonnen, das lokal gehäufte Mikrolunker enthielt. Diese Hohlräume wurden auf den Bruchflächen durch rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen mit abschnittsweise hohen Flächenanteilen nachgewiesen. Die Gußporen, die im ebenen Schliffbild als dichtgedrängte Porenhaufen auftraten (Abb. 37), waren keine voneinander isolierten Hohlräume. Tatsächlich stellten sie ein weitverzweigtes Labyrinth von Kanälen im Gefüge der (Abb. 71). Diese Hohlraumlabirynthe führten durch Spannungskonzentrationen zu erhöhter lokaler plastischer Verformung und zur Bildung von Anrissen (Abb. 72).

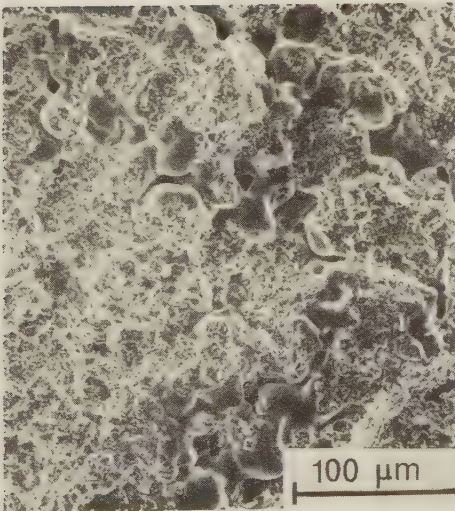


Abb. 71: Gußporosität auf
Bruchfläche
(REM)



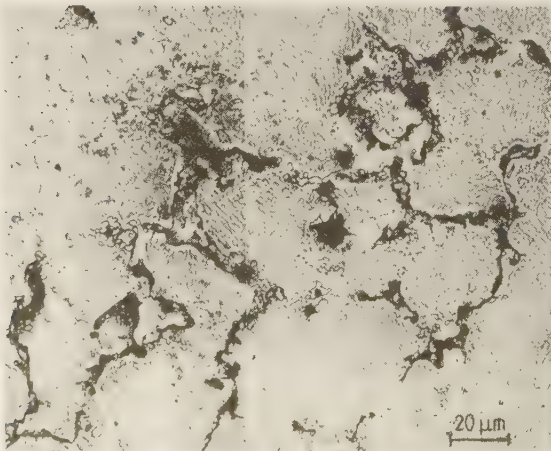
Abb. 72: Risse ausgehend von Gußporen
nach 12 h Verformung bei
800°C (Lichtmikroskop)

Die Duktilitätsunterschiede zwischen Versuchen bei 800 °C und 950 °C ließen sich im Gefüge nachweisen. Bei 800 °C war die Schädigung durch Hohlräume und Risse lokalisiert um den Bereich der Bruchfläche. Die Meßlänge der Proben abseits der Bruchfläche enthielt, soweit lichtmikroskopisch nachweisbar, keine weiteren Hohlräume neben der Gußporosität. Durch die Verformung bei 950 °C bildeten sich auf der gesamten Meßlänge Hohlräume und Risse, wobei diese nicht notwendigerweise gleichmäßig verteilt waren. Für die Kriechschädigung waren immer die Probenabschnitte mit Gußporen maßgebend. Im Gegensatz zum Probenmaterial, das bei niedrigerer Temperatur verformt wurde, waren auf den Probenoberflächen abseits der Bruchfläche häufig mit dem Auge sichtbare Risse zu erkennen.

Die extrem hohen Versuchsspannungen bei 800 °C bis zu $\sigma = 700 \text{ MN/m}^2$ begünstigen, daß im Werkstoff wenige besonders geeignete Rißkeime (z.B. Gußporen) rascher wachsen als die sonstigen Fehlstellen im Gefüge. Die Folge war lokal begrenztes makroskopisches Rißwachstum mit Bruch bei nominell kleinen Dehnungen. Für die Ausbreitung der Risse nach ihrer Entstehung an Gußporen waren die Korngrenzen als Schwachstelle von besonderer Bedeutung. In Abb. 73 ist die Auftrennung der Korngrenzen in Bruchflächennähe erkennbar.

Abb. 73: Interkristalline Risse

nach 1300 h Verformung bei
950 °C; Versuch vor Bruch
der Probe beendet
(Lichtmikroskop)



5.1.2 Einfluß von Wärmebehandlungen

Für die Legierung IN 100 ist keine Wärmebehandlung zur Optimierung der Festigkeitseigenschaften vorgesehen. Zur isostatischen Nachverdichtung (HIP) und Aufbringung korrosionshemmender Schutzschichten sind jedoch Glühungen im Temperaturbereich um 1200 °C erforderlich. Der Sicherheitsabstand zur Soliduslinie 1270 °C ist dabei gering. Falls die Prozeßbedingungen nicht sehr genau eingehalten werden, kann der Werkstoff lokal durch Aufschmelzen und Eindiffusion von Fremdelementen in seinen Festigkeitseigenschaften beeinträchtigt werden. Eine solche Überhitzung war vermutlich bei den Vergleichsversuchen (Lösungsglühung 1220 °C) zu den heißgepreßten Proben die Ursache für die gemessenen nichtregulären Kriechkurven. Im Gegensatz zu den übrigen Versuchen war bei 950 °C der tertiäre Kriechbereich ausgeprägt und erstreckte sich über bis zu 2 Dekaden in der Kriechrate. Bei 800 °C setzte der Bruch bei kleinen Dehnungen zwischen 0,5 % und 2 % ein. Die Standzeiten wichen nicht übermäßig von der Erwartungswerten ab, lagen aber teilweise außerhalb der Vertrauensintervalle (Abb. 32). Die fehlerhafte Wärmebehandlung zeigte sich im Bild der Bruchfläche. Gegenüber den rauen transkristallinen Bruchflächen im Normalzustand des Materials (Abb. 74 a) wurden große Anteile glatter Spaltbruchflächen beobachtet (Abb. 74 b).

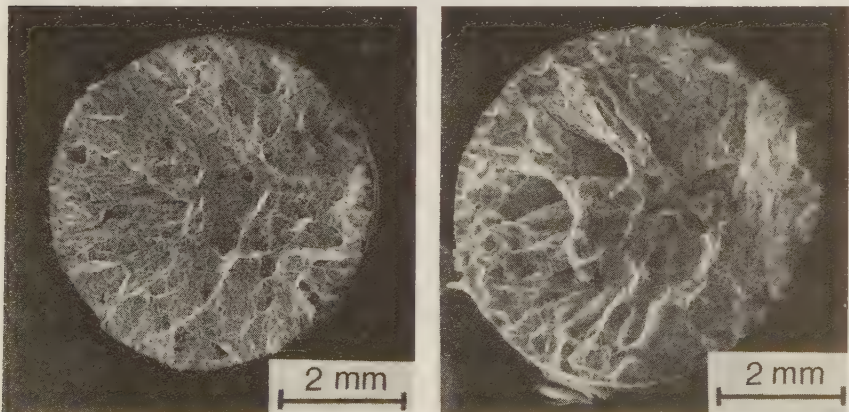


Abb. 74: Bruchflächen nach Verformung bei 950 °C (REM)

a) heißgepreßte Probe

b) lösungsgeglühte Probe

5.1.3 Hohlraumentstehung

Die heißisostatisch nachverdichteten Zugproben enthielten außer in oberflächennahen Bereichen keinerlei Gußporosität, wie nach Verformung der Proben durch metallographische Untersuchungen von Probenkopf und Meßlänge festgestellt wurde. Durch Verformung entstandene Hohlräume und Gußporen konnten im REM deutlich unterschieden werden, da im Gegensatz zu den Verformungshohlräumen die Oberfläche der Gußporen sehr glatt waren. Im Vergleich zum porösen Neumaterial war die Schädigung (weniger als 10 Hohlräume/mm²) in den nachverdichteten Proben nach Verformung geringer. Neben wenigen Rissen in Nähe der Bruchfläche wurden auf den Korngrenzen Hohlräume an Karbiden MC bei 800 °C und M₂₃C₆ bei 950 °C gefunden (Abb. 75).

Diese Hohlräume könnten im Bereich der ehemals vorhandenen Gußporen entstanden sein, die beim Heißpressen nicht unbedingt ideal verschwinden müssen, wenn sie z.B. Gase der Schmelze enthalten. Für die Bestätigung dieser Hypothese gab es im Gefüge keine Hinweise. Die Mechanismen, die Hohlraumbildung bei niedrigen

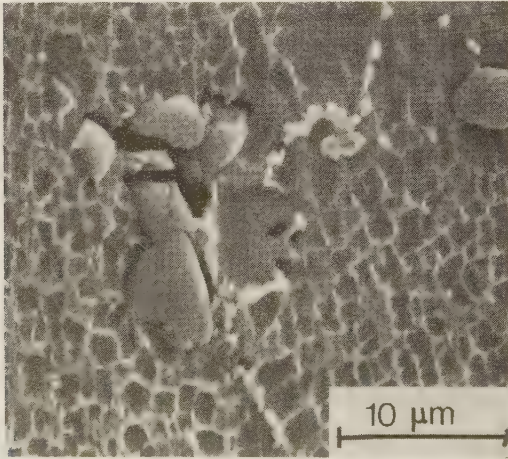


Abb. 75: Verformungshohlraum an MC-Karbiden in heißgepreßter Probe nach Verformung bei 800 °C (REM)

Temperaturen ohne thermisch aktivierte Vorgänge ermöglichen (z.B. Aufstau von Versetzungen nach Smith und Barnby /74/), können ausgeschlossen werden. Diese Mechanismen sagen voraus, daß Hohlräume auf den Korngrenzen unabhängig von der Orientierung der Korngrenzen zur Zugachse wachsen. Dies war nicht zutreffend, denn die Hohlräume entstanden bevorzugt auf Korngrenzen, deren Normale annähernd in Richtung Zugachse lagen (Abb. 76). Eine derartige spannungsabhängige Anisotropie ist gegeben, wenn die Hohlraumbildung durch Kondensation von Leerstellen an geeigneten Keimen erfolgt. Raj /76/ berechnete die Keimbildungsrate $\dot{\rho}$ zu

$$\dot{\rho} = B_1 \cdot \exp \left[- 4 \cdot \gamma_S^3 \cdot F_v / (\sigma^2 \cdot kT) \right] \quad (27)$$

γ_S : Oberflächenenergie ($\gamma_S = 1,85 \text{ J/m}^2$ für Reinnickel)

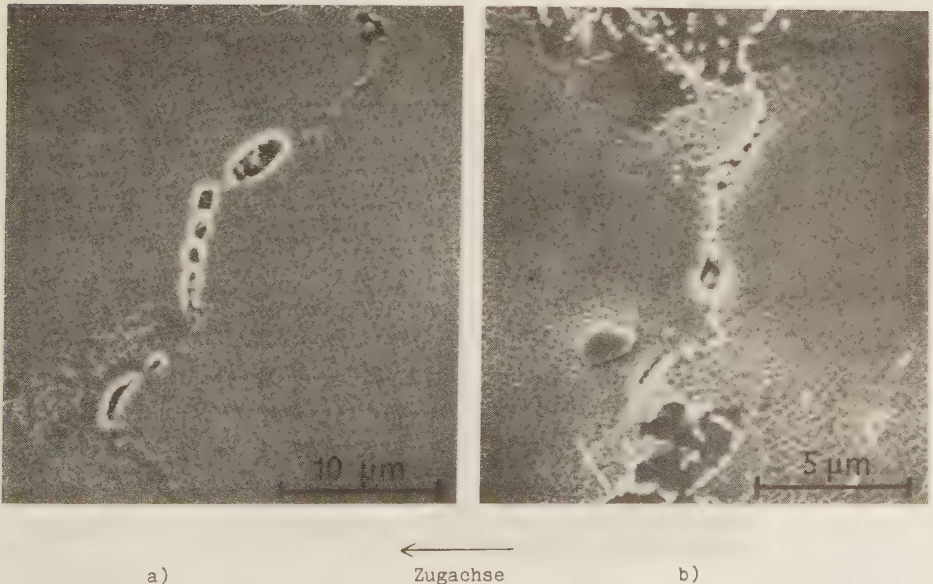


Abb. 76: Porenketten nach Verformung auf Korngrenzen (REM)

a) 900 °C, $t_B = 61 \text{ h}$, $\epsilon_B = 4,3 \%$

b) 800 °C, $t_B = 210 \text{ h}$, $\epsilon_B = 0,8 \%$

Der Vorfaktor B_1 enthält prinzipiell bekannte Größen (Spannung σ , Oberflächenenergie γ_s , Korngrenzendiffusion, Atomvolumen, maximale Keimdichte) und könnte berechnet werden. Anders ist dies mit der Größe F_v , die $\dot{\rho}$ stark beeinflusst und die durch die Geometrie der Keimanordnung bestimmt ist. F_v kann praktisch nur durch aufwendige Experimente an geeigneten Modellegierungen als anzupassender Parameter ermittelt werden. Der Ansatz (27) macht aber mehrere wichtige Aussagen. Für die Keimbildung ist eine kritische Mindestspannung erforderlich und es tritt eine Inkubationszeit auf, d.h. Hohlräume werden sich im Kriechversuch u.U. erst relativ spät bilden (wichtig für Regeneration des Werkstoffs durch Heißpressen). Bevorzugte Keime sind nach dieser Theorie Karbide auf den Korngrenzen.

Die γ^L -Inseln abseits der Korngrenzen neigen ebenfalls zur Hohlraumbildung. Keimstellen waren wiederum $M_{23}C_6$ -Karbide (Abb. 77). Hier zeichnete sich der Schädigungsmechanismus für Einkristallegierungen ab.

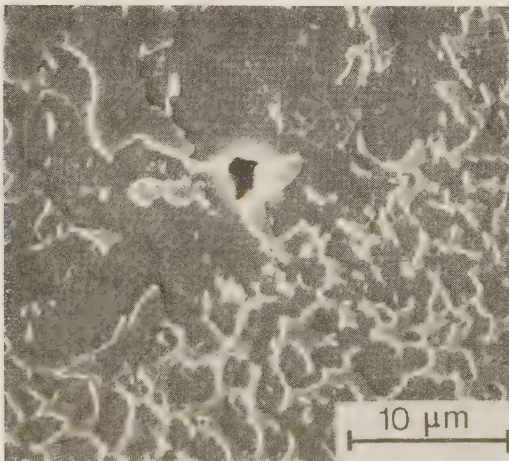


Abb. 77: Hohlraumbildung an $M_{23}C_6$ -Karbiden in γ^L -Inseln
Probe nachverdichtet, 950 °C, $t_B = 106$ h (REM)

5.1.4 Hohlraumwachstum

Das Wachstum von Hohlräumen und Rissen beschleunigt die Kriechrate im tertiären Bereich der Kriechkurve und führt zum Bruch. Dieses Wachstum findet bereits im sekundären Kriechabschnitt statt, ohne sich makroskopisch in der Kriechrate bemerkbar zu machen. Im vorliegenden Fall konnte eine entsprechende Schädigung erst nach hohen Verformungsgraden (etwa $0,5 \cdot \epsilon_B$) nachgewiesen werden. Für einen quantitativen Ansatz zur Vorhersage des Kriechbruchs in Zeit und Dehnung müssen die Mechanismen des Hohlraumwachstums bestimmt werden. Bekannt sind diffusions- und dehnungsgesteuertes Wachstum. In letzterem Fall kann ein kugelförmiger Hohlraum mit Radius r zeitunabhängig unter dem Einfluß einer hydrostatischen Spannungskomponente mit der Geschwindigkeit $\dot{r}$ bei plastischer Verformung wachsen mit (Rice, Tracey /76/)

$$\dot{r} = B_2 \cdot r \cdot \dot{\epsilon} \quad (28)$$

$B_2 \approx 1$: Konstante $\dot{\epsilon}$: effektive Verformungsrate

Dieser Ansatz ergibt für IN 100 zu kleine Wachstumsraten. Porenkeime mit $r_0 = 0,05 \mu\text{m}$ würden sich in Zeiten $\gg 10^4 \text{ h}$ auf $r = 1 \mu\text{m}$ bei Kriechraten erweitern, die im Versuch nach 100 h bereits zum Bruch führten. Die dann neben Rissen vorliegenden Hohlräume waren 1 bis $5 \mu\text{m}$ groß (Abb. 75). Gegen diesen Mechanismus spricht außerdem, daß er isotropes Porenwachstum unabhängig von der Orientierung der Korngrenze zur Zugachse ermöglicht (s. Abschn. 5.1.3).

Hull und Rimmer /77/ berechneten das Wachstum von Poren auf Korngrenzen unter einer Reihe stark vereinfachender Annahmen:

- keine plastische Verformung der Körner
- Korngrenzen sind ideale Leerstellenquellen, Poren ideale Leerstellensenken
- durch Oberflächendiffusion bleibt die Oberfläche der Pore sphärisch gekrümmt
- Porendichte $\rho = \text{const}$
- Korngrenzendiffusion bestimmt Porenwachstum
- die Normalspannung, die auf die Korngrenze an der Pore wirkt, ist $\sigma = 2 \gamma_s / r$

Dies führt zu einer Gleichung für die Geschwindigkeit $\dot{v}$, mit der sich das Porenvolumen vergrößert:

$$\dot{v} = B_3 (\sigma - 2\gamma_s/r) \quad (29)$$

wobei B_3 von der Temperatur, der Korngrenzendiffusion und dem Verhältnis r/c (c : Porenabstand) abhängt.

Bei $r \geq 1 \mu\text{m}$ und $\sigma \geq 100 \text{ MN/m}^2$ gilt

$$2\gamma_s/r \ll \sigma$$

Mit $\dot{r} = \dot{v}/(4\pi \cdot r^2)$ für annähernd kugelförmige Poren folgt:

$$\dot{r} \sim \sigma / r^2 \quad (30)$$

Ein linearer Zusammenhang zwischen Porenwachstum und Spannung entspricht nicht dem Befund der Kriechversuche, für die galt: $t_B \sim 1/\dot{\epsilon} \sim 1/\sigma^n$ ($n > 1$). Messungen von Dyson /78/ zum Porenwachstum in Nimonic 80A widersprechen ebenfalls dem Ansatz (29). Beere /63/ stellte neben Gl. (29) weitere 6 Beziehungen zusammen, bei denen die obigen einschränkenden Bedingungen zu Gl.(29) teilweise entfallen. Die Koeffizienten dieser Gleichungen wurden aus vorhandenem Datenmaterial für IN 100 abgeschätzt. Die Unsicherheiten in diesen Daten (z.B. Volumen-, Korngrenzen-, Oberflächendiffusion) sind dabei allerdings so groß, daß durch Vergleich der berechneten Wachstumsraten mit den Kriechdaten und Gefügezuständen keine eindeutige Rückschlüsse auf die vorliegenden Wachstumsmechanismen für Hohlräume gezogen werden können. Die Betrachtungen von Beere /63/ zeigen immerhin, daß ein kritischer Porenradius (hier ca. 1 bis 2 μm) existiert, ab dem das Wachstum einer sphärischen Pore nicht mehr stabil verläuft. Die Form der Poren flacht sich mit der Größe ab und sie breiten sich in der Korngrenze als Riß aus. Hohlräume von der Größe der Gußporen können sich damit nicht stabil durch Leerstellenkondensation vergrößern, sondern führen unmittelbar zum Rißwachstum. Dies stimmt mit den vorliegenden Gefügeuntersuchungen überein. Die gleichmäßig gekrümmte, glatte Innenfläche der Gußporen blieb während der Verformung erhalten. Zusätzlicher Hohlraum entstand an den Gußporen durch Rißbildung (Abb. 78). Die durch Verformung entstandenen zusätzlichen Poren hatten flache Formen mit der Hauptachse in der Korngrenze (Abb.

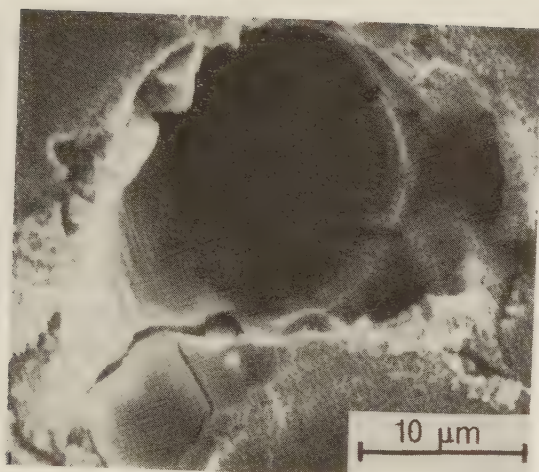


Abb. 78: Gußpore mit Rissen, 950 °C, $t_B = 86$ h (REM)

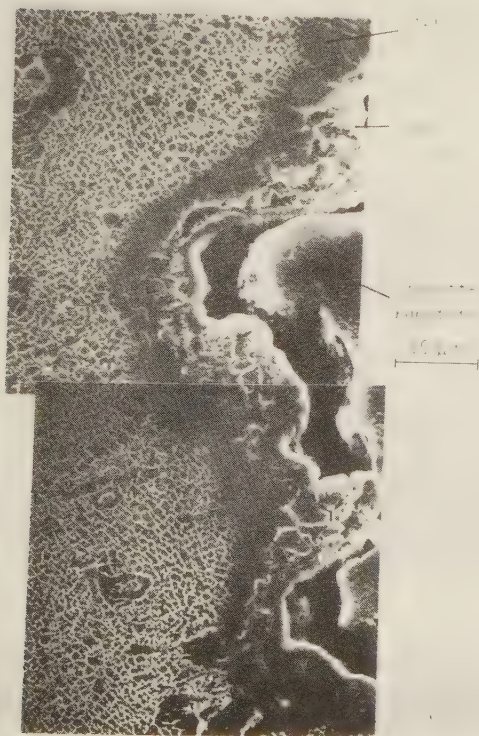


Abb. 79: Interkristalliner
Bruch von heißge-
preßter Probe bei
950 °C (REM)

76). Soweit bei ihrer geringen Dichte überhaupt vorhanden, lagen sie als Ketten von 3 - 5 Poren auf der Korngrenze vor. Diese Porenketten erzeugten Risse. Als Bruchpfad war damit die Korngrenze vorgegeben, wie Abb. 79 zeigt. Der dunkle Begrenzungsstreifen entlang der Bruchfläche ist der Film von γ' -Phase, der sich bei erhöhter Temperatur an den Korngrenzen bildet. Auf die Bedeutung der Korngrenzen für das Werkstoffversagen hat bereits Tipler /14/ nach Untersuchungen an IN 738 hingewiesen. Da im Fall der einachsigen Belastung die Korngrenzen senkrecht zur Zugachse besonders gefährdet sind, ist die häufig vorliegende radial orientierte Kornstruktur von Zugproben und Turbinenschaufeln wenig günstig für das Zeitstandverhalten. Ausgenommen der Ansätze mit linearer Spannungsabhängigkeit ähnlich Gl. (29) folgen die Beziehungen nach Beere /63/ der Gleichung

$$\dot{\epsilon} = B_4 \cdot \epsilon \quad (31)$$

Diese Gleichung erscheint plausibel, wenn man betrachtet, daß die Bruchdehnung in erster Näherung unabhängig von der Standzeit ist. Die Gleichung wird daher in Abschnitt 6.2 verwendet. Der Vorfaktor kann aus den gemessenen Verformungskurven und über Gefügeuntersuchungen abgeschätzt werden.

Dyson /78/ weist ebenfalls darauf hin, daß diffusionskontrolliertes Porenwachstum nach Gl. (29) im günstigsten Fall in einem begrenzten Bereich von Versuchsbedingungen realisiert sein kann. Bei hohen Spannungen wird Porenwachstum durch die Kriechrate kontrolliert. Bei niedrigen Spannungen können Geometrieffekte der Körner oder Teilchen auf Korngrenzen des Porenwachstum im Vergleich zu Gl. (29) verlangsamen.

5.1.5 Einfluß von Probenoberfläche und Versuchsatmosphäre

Bei den Kriechversuchen $T = 800^\circ\text{C}$ war die Oxidation der Probenoberfläche an Luft vernachlässigbar. Wurde die Probe sorgfältig durch ein organisches Lösungsmittel gereinigt, bildeten sich bei Versuchen unter 10 h nur Anlauffarben auf der Oberfläche.

Bei erhöhter Temperatur oxidierten die Proben an Luft stark, bedingt durch den relativ geringen Chromgehalt von IN 100 (Abb.80). Die Proben waren nicht

mit einer Schutzschicht versehen. Der Probenquerschnitt wurde durchschnittlich um 1 - 2 % geschwächt. Die Oxidschicht enthielt Al, Ti und Cr. Ihre Dicke hing nicht wesentlich von der Belastungsdauer ab, nach ihrer Bildung innerhalb weniger Stunden schützte sie die Probe ausreichend vor weiterer Korrosion. Durch Diffusion von Al und Ti in die Oxidschicht entstand an der metallischen Oberfläche ein 20 μm breiter ausscheidungsfreier Saum, der an γ' -Phase verarmt war (Abb. 80). An den Korngrenzen drang dieser Saum wegen erhöhter Diffusionsraten etwas tiefer in die Probe ein. Im γ' -verarmten Saum bildete sich häufig eine nadelige Phase mit vermutlicher Zusammensetzung TiN (Wasielowski /9/).

Dennison, u.a. /5/ zogen aus Kriechversuchen bei 900 °C bis 950 °C an IN 100 den Schluß, daß die bruchauslösende Werkstoffschädigung von der Oberfläche der Proben ausgeht. Das Werkstoffversagen würde demnach maßgeblich durch Oxidation bestimmt, obwohl diese Versuchsproben mit einer Aluminiumschutzschicht versehen waren.

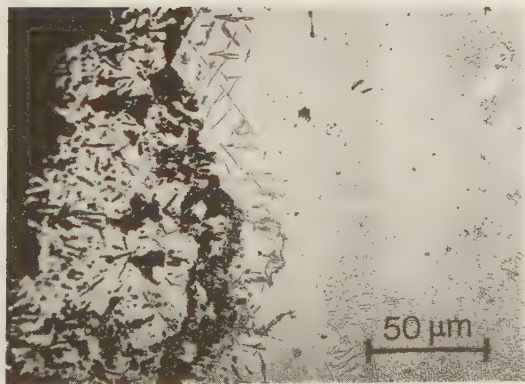


Abb. 80: Oxidierte Oberfläche nach Langzeitglühung über 3000 h bei 950 °C, nadelige Phase in γ' -verarmtem Saum

Aus den eigenen Messungen konnte geschlossen werden, daß Oxidation an Luft bei den untersuchten Versuchsbedingungen ohne wesentlichen Einfluß auf das Kriechverhalten und die bruchauslösende Werkstoffschädigung war. Die eigenen Proben waren nicht beschichtet und entsprechend starker Korrosion an Luft ausgesetzt. Zur Bruchdehnung wurde gezeigt, daß sie empfindlich auf die Schädigungsursachen im Probeninnern reagierte (Tab. 5). Kriechversuche mit Neumaterial an Luft und in reduzierender Atmosphäre, die die Oxidation weitgehend verhinderte, zeigten keine systematischen Unterschiede in der Duktilität (Abb. 81).

Das heißisostatische Nachverdichten erfolgte bei einer Temperatur von 1220 °C. Die Oberflächen der Proben korrodierten bei dieser Temperatur und wurden vor den Kriechversuchen nicht nachbearbeitet. Man sollte hier davon ausgehen, daß die Oberfläche durch Korrosionsangriff nach den Kriechversuchen stärker geschädigt war als bei den übrigen Versuchen. Unter Schädigung kann hier die

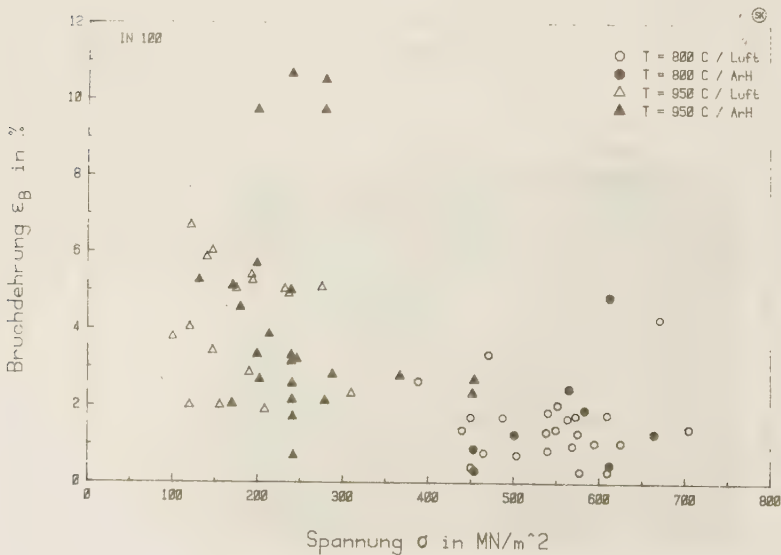


Abb. 81: Einfluß von reduzierender Atmosphäre und Luft auf die Bruchdehnung bei 800 °C und 950 °C

Bildung anrißähnlicher Bereiche an Korngrenzen verstanden werden. Bei einer entsprechenden Bedeutung der Oberfläche für das Werkstoffversagen wären niedrige Bruchdehnungen die Folge gewesen. Tatsächlich lagen die Dehnungen bis zum Bruch mindestens doppelt so hoch wie bei allen übrigen 39 Versuchen an Neumaterial ohne Vorschädigung der Oberfläche.

Bei zwei Versuchen bei 900 °C und 950 °C trat aus ungeklärten Gründen besonders starker Korrosionsangriff auf. Die Querschnittsflächen waren bei Versuchsende um 5 % verringert. Die Bruchdehnungen fielen mit 4,3 % und 2,9 % in das Streuband von Abb. 81. Ein nachteiliger Einfluß dieser verstärkten Korrosion auf die Duktilität war nicht erkennbar.

Es muß betont werden, daß diese Aussagen für Versuche an Luft gelten. Experimente in Heißgasatmosphäre, wie sie in Flugtriebwerken vorliegt, ergaben eine Verschlechterung der Zeitstanddaten im Vergleich zu Versuchen an Luft /10/. In den eigenen Versuchen löste sich nach Abkühlen der verformten Proben auf RT die deckende Oxidschicht wegen der unterschiedlichen Wärmedehnung von Oxid und Grundwerkstoff vollständig ab. Bei wechselnder Beanspruchung zwischen Raumtemperatur und Betriebstemperatur (Start-Stop-Betriebszyklus) ist daher eine korrosionshemmende Schutzschicht unentbehrlich, die Querschnittsverluste wären nicht tragbar. Bei Erhöhung der Temperaturen im Kriechversuch über 950°C hinaus oder bei verkleinerten Probenquerschnitten ist ein schädigender Einfluß der Oberfläche durch Diffusion von Sauerstoff in die Korngrenzen denkbar. Nach einer Auftragung von Jenkins /79/ ist bei IN 100 der Einfluß der Oberfläche auf die Standzeit gering, solange die Probendicke > 2 mm ist. Bei einer Probendicke von 0,5 mm fällt die Standzeit um den Faktor 10 ab.

Die Gefügeuntersuchungen am verformten Probenmaterial ergaben, daß der Werkstoff neben Oberflächenrissen auch Hohlräume und Risse im Probeninnern enthält. Diese Risse mündeten mit Sicherheit nicht in der Oberfläche, da die Rißufer nicht oxidiert waren (Abb. 73). Ein lichtmikroskopisch nachweisbarer Oxidbelag würde sich innerhalb von Sekunden bilden, sobald Sauerstoff von der Oberfläche Zutritt. Die von der Oberfläche isolierten Hohlräume konnten nicht durch Oberflächeneinflüsse entstanden sein, führten aber ebenfalls zum Werkstoffversagen. Abb. 82 zeigt hierzu zwei geschädigte Probenbereiche mit und ohne Kontakt zur Oberfläche. Neben Gußporen enthalten beide Bereiche durch Verformung entstandene Hohlräume und Risse.



Abb. 82: Anrisse an Gußporen
nach 450 h Verformung
bei 950 °C; oben
ohne Kontakt zur Ober-
fläche; unterer Bereich
mit Oxidation
(Lichtmikroskop)

5.2 Rißwachstum in gekerbten Proben

Die Motivation für die Untersuchung langsamer Rißausbreitung in IN 100 unter den Versuchsbedingungen, die denen der Kriechversuche entsprachen, ergab sich aus zwei Fragestellungen:

- Wie verhält sich der Werkstoff bei Kriechbelastung, wenn ein Anriß bekannter Geometrie vorhanden ist? Wie wird die Lebensdauer beeinflusst? Solche Anrisse können Gußfehler (Einschlüsse, Kaltguß, Porosität) oder Kerben in Bauteilen sein. In Turbinenschaufeln können z.B. durch thermische Ermüdung Anrisse an der Einlaufkante des Schaufelblattes entstehen, die u.U. den Kriechbruch einleiten.
- Die Gl. (31) beschreibt näherungsweise das Wachstum von Poren bei Kriechverformung. Gilt dieser Ansatz auch für die Ausbreitung der Risse, die aus solchen Poren entstehen?

5.2.1 Kurzer Abriß der theoretischen Ansätze zum Rißfortschritt durch Kriechverformung

Zur Beschreibung der langsamen Rißausbreitung bei hoher Temperatur werden die Ansätze der Bruchmechanik verwendet. Es soll im Experiment geprüft werden, welcher der bruchmechanischen Parameter eindeutig den Belastungs- und Verformungszustand an der Rißspitze und damit die Rißwachstumsrate $\dot{a}$ beschreiben kann. Der Zusammenhang zwischen diesem Parameter und $\dot{a}$ wird durch eine empirische Potenzfunktion angenähert. Um diese Funktion auf rißbehaftete Bauteile anwenden zu können, müssen ihre Koeffizienten unabhängig von Probengröße und Probengeometrie sein.

Für den linear-elastischen Fall ist dieser Bruchmechanikparameter der Spannungintensitätsfaktor K :

$$K = P \cdot Y / (B \cdot W^{1/2}) \quad (32)$$

a : Rißlänge

mit der Korrekturfunktion für die CT-Probe im Belastungsmodus I nach ASTM E 339

$$y = (0,886 + 4,64 \cdot (a/W) - 13,32 \cdot (a/W)^2 + 14,72 \cdot (a/W)^3 - 5,60 \cdot (a/W)^4) \cdot (2 + a/W) / (1 - a/W)^{3/2} \quad (33)$$

für $0,2 < a/W < 0,7$

Bei hohen Temperaturen tritt zeitabhängiges plastisches Fließen um die Rißspitze herum auf, so daß die Voraussetzungen nicht gegeben sind, unter denen Gl. (32) hergeleitet wird. Bei einem spröden Verhalten des Werkstoffs, gekennzeichnet z.B. durch die geringen Bruchdehnungen im Kriechversuch, kann die Anwendung von K trotzdem zu befriedigenden Ergebnissen führen. In einigen Untersuchungen (/11/, /80/, /81/) wird daher die Anwendbarkeit dieses Parameters geprüft. Die Rißlänge a in Gl. (32) kann nicht um die plastische Zone an der Rißspitze korrigiert werden. Die Größe der plastischen Zone ist, da zeitabhängig, nicht bekannt und sie kann den gesamten Probenquerschnitt in der Ebene des Risses erfassen.

Bei großen plastischen Verformungen kann als einfacher Parameter die Nettospannung σ_{net} geeignet sein. Die Nettospannung wird aus Last P und Querschnitt der Probe abzüglich der Rißfläche berechnet, sofern die gekerbte Probe einachsrig belastet ist. Die CT-Probe wird neben der Normalspannung durch ein überlagertes Biegemoment belastet. Die Nettospannung muß in diesem Fall nach Landes und Begley /82/ korrigiert werden:

$$\sigma_{\text{net}} = P \left[1 + 3 (W + a)/(W - a) \right] / [B \cdot (W - a)] \quad (34)$$

Die ähnlichen Referenzspannungskonzepte (/83/, /84/) gelten für den ebenen Spannungszustand in der Probe und wurden daher nicht verwendet. Die Parameter K und σ_{net} enthalten neben der Last nur Größen, die von der Probengeometrie abhängig sind. Der Parameter C^* , der für die Hochtemperaturverformung als besonders aussichtsreich angesehen wird, berücksichtigt neben der Spannung die Kriechraten an der Rißspitze. C^* ist ein vom Integrationsweg unabhängiges Kurvenintegral und wurde in Analogie zum J-Integral gebildet, indem die Dehnungen und Verschiebungen in J durch ihre zeitliche Ableitungen ersetzt

wurden (Landes und Begley /82/):

$$C^* = \int_{\Gamma} W^* dy - T_i (\partial u_i / \partial x) ds \quad (35)$$

$$\text{mit } W^* = \int_0^{\epsilon_{mn}} \sigma_{ij} d\epsilon_{ij} \quad (36)$$

Γ : Integrationsweg zwischen den Rißufern
um die Rißspitze entgegen dem Uhrzeigersinn

σ_{ij} : Spannungstensor

$\dot{\epsilon}_{ij}$: Tensor der Kriechrate

u_i : Verschiebungsvektor

T_i : Spannungsvektor in Richtung der äußeren Normale n_j von σ , $T_i = \sigma_{ij} \cdot n_j$

ds : Linienelement von Γ

Im Allgemeinform gilt (Harper und Ellison /85/):

$$C^* = dJ/dt$$

Aus C^* können das Spannungsfeld und die Kriechraten an der Rißspitze bestimmt werden, wenn stationäres Kriechen z.B. nach dem Potenzgesetz (6) vorliegt. Experimentell wird C^* bei $P, \dot{u} = \text{const}$ über ein aufwendiges Mehrprobenverfahren oder durch Lastwechselversuche ermittelt aus /82/

$$C^* = -B (\partial U^* / \partial a) \quad (37)$$

$$U^* : \text{Energiefreisetzungsrate } U^* = \int_0^{\dot{u}} P d\dot{u}$$

$\dot{u}$: Verschiebungsgeschwindigkeit der Lastangriffspunkte

B : Breite der Probe

Vereinfachte Bestimmungsmethoden nach /85/, /86/ gehen aus von

$$C^* \sim P \cdot \dot{u} \quad (38)$$

Nachteil aller dieser Verfahren für die Anwendung in der Praxis ist in jedem Fall, daß die Rißaufweitungsgeschwindigkeit $\dot{u}$ bekannt sein muß. In rißbe-

hafteten Bauteilen wird $\dot{u}$ nur schwierig zu ermitteln sein. Eine Näherung, die vom Kriechverhalten für einachsige Belastung entsprechend dem Potenzgesetz (6) ausgeht, wurde von Kumar und Shih /87/ in Analogie zu einem Näherungsverfahren für das J-Integral berechnet:

$$C^* = A_1 \cdot G \cdot l \cdot h_1 \cdot (P/P_0)^{n+1} \quad (39)$$

mit $l = W-a$

Die Konstanten A_1 , G und n entstammen aus Gl. (6). Die Grenzlasterlast P_0 ist für den ebenen Dehnungszustand:

$$P_0 = 1,455 \cdot l \cdot G \cdot \eta \quad (40)$$

mit

$$\eta = \left[(2 \cdot a/l)^2 + 2 \cdot (2a/l) + 2 \right]^{1/2} - \left[2a/l + 1 \right] \quad (41)$$

Für die Rißausbreitungsgeschwindigkeit gilt dann

$$\dot{u} = A_1 \cdot a \cdot h_2 \cdot (P/P_0)^n \quad (42)$$

Die Funktionen h_1 und h_2 hängen von a/W und n ab und sind für die CT-Probe bei /87/ tabelliert. Für die Rechnerauswertung wurden h_1 und h_2 angenähert durch Polynome 2. Grades.

Damit kann C^* aus Kriechdaten, Probengeometrie, Rißlänge und Last abgeschätzt werden, sofern sich an der Rißspitze stationäre Verformung gemäß (6) einstellt.

5.2.2 Ergebnisse der Rißfortschrittsmessungen

Für bruchmechanische Untersuchungen steht eine Vielzahl an Typen gekerbter Proben zur Auswahl, die den unterschiedlichen Belastungsfällen und den Anforderungen der Meßtechnik angepaßt sind. Für die vorliegenden Messungen wurde eine modifizierte CT-Probe gewählt (s. Abschnitt 2.3.2), da an dieser Probe im Versuch kontinuierlich die Rißaufweitung s bestimmt werden konnte. Aus der Rißaufweitung wurde die plastische Verformung der Probe abgeschätzt und bei 800 °C die Rißlänge in Abhängigkeit von der Zeit aus der Nachgiebigkeit ermittelt. Die Ergebnisse dieses Abschnitts werden ausführlicher bei Rauh /21/ beschrieben.

Die gemessenen Rißverlängerungskurven $a = f(t)$ (Abb. 83) der 1 CT-Proben zeigten bei 800 °C und 950 °C einen ähnlichen Verlauf wie Kriechkurven $\epsilon = f(t)$ (Abb. 15). Dies galt ebenfalls für die Rißaufweitung $s = f(t)$. Diese Kurven können daher wie die Kriechkurve in einen primären, sekundären und tertiären Bereich eingeteilt werden. Der Verlauf der Rißausbreitungskurven war unabhängig davon, ob der Versuch bei konstanter Last, Nettospannung oder konstantem K geführt wurde. Bei den 1/2 CT-Proben entfiel der primäre Bereich.

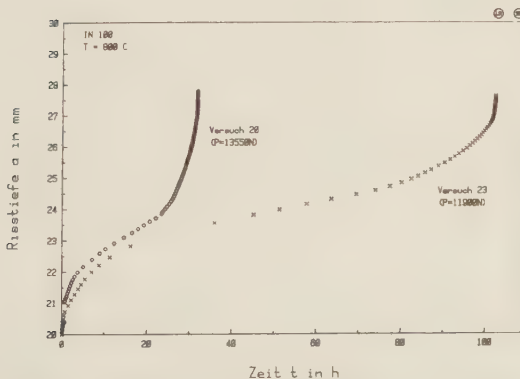
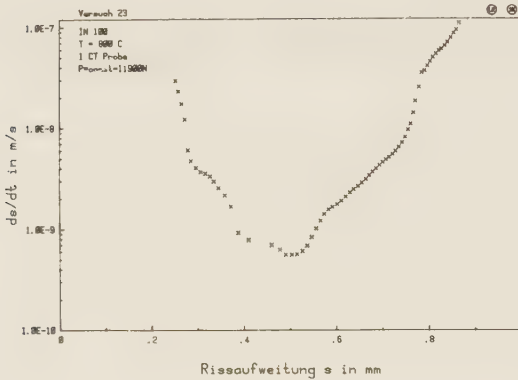
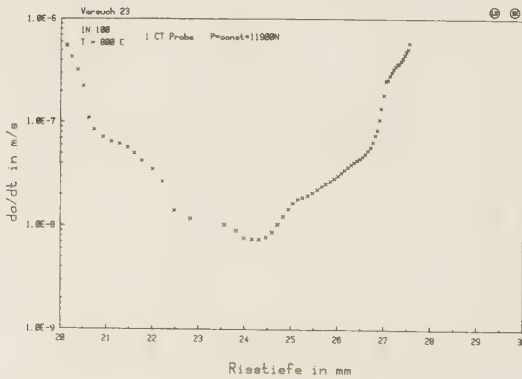


Abb. 83: Rißwachstumskurven $a = f(t)$ bei konstanter Last,
Temperatur 800 °C, 1 CT-Probe

Die differenzierten Kurven Rißwachstumsrate $\dot{a} = f(a)$ (Abb. 84 a) bzw. Rißaufweitungsgeschwindigkeit $\dot{s} = f(s)$ (Abb. 84 b) sind daher den Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ ähnlich. Der sekundäre Bereich ist in dieser Darstellung als Minimum erkennbar. Der tertiäre Abschnitt folgt mit geringer Steigung. Die Abb. 85 zeigt die enge Korrelation zwischen Rißaufweitungsgeschwindigkeit $\dot{s}$ und Rißwachstumsrate $\dot{a}$ gemessen über Potentialsonde bei 950 °C.



b)



a)

Abb. 84: Rißfortschrittsversuch bei konstanter Last, Temperatur 800 °C

a) Rißwachstumsrate $\dot{a}$ über der Rißverlängerung a

b) Rißaufweitungsgeschwindigkeit $\dot{s}$ über der Rißaufweitung s

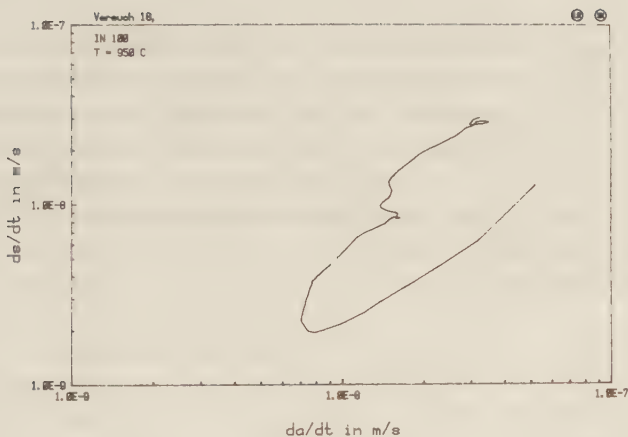


Abb. 85: Korrelation zwischen Rißwachstumsrate und Rißaufweitungs-
geschwindigkeit bis zum Durchbrechen der 1 CT-Probe bei 800°C

Dafür sind zwei verschiedene Erklärungen möglich. Bei hoher Temperatur könnte das Meßsignal der Potentialsonde durch die plastische Verformung der Probe und daraus resultierender Widerstandseffekte so verzerrt werden, daß die scheinbare Rißwachstumsrate $\dot{a}$ der Größe $\dot{s}$ folgt. Wenn die Meßwerte der Potentialsonde bei 950 °C korrekt waren (wofür es Hinweise gab; Abschnitt 2.3.2), dann deutet der enge Zusammenhang zwischen $\dot{a}$ und $\dot{s}$ an, daß an der Rißspitze ein Gleichgewichtszustand aus plastischer Verformung und Rißfortschritt vorlag. Dies entspricht dem geforderten stationären Zustand zur Bestimmung von $C^{\frac{1}{2}}$.

In dem beobachteten primären Bereich verringerte sich trotz der nominell zunehmenden Nettospannung bzw. Spannungsintensität (Versuchsführung $P = \text{const}$) die Rißwachstumsrate $\dot{a}$ um eine Größenordnung. Wege /88/ und Haigh /89/ stellten an einer Bleilegierung bzw. Cr-Mo-V-Stahlguß fest, daß die Rißaufweitung $s = f(t)$ ähnlich einer Kriechkurve verläuft. Rißverlängerung wurde aber erst im tertiären Bereich von $s = f(t)$ erkannt. Primärer und sekundärer

Bereich beruhten bei diesen Versuchen auf plastischer Verformung und umfaßten mehr als 2/3 der Versuchszeit. Im Vergleich zu IN 100 waren beide Werkstoffe duktil, wie die Bruchflächen bei /88/ bzw. die Bruchdehnungen im Zugversuch bei /89/ erkennen lassen.

In den eigenen Versuchen wurde nachgewiesen, daß bereits am Minimum von $\dot{\epsilon}$ nach relativ kurzen Zeiten Rißwachstum auftrat. Dazu wurden Versuche nach kleinen Rißverlängerungen bei $\dot{\epsilon}_{\min}$ beendet und die Proben bei RT aufgebrochen. Die oxidierte Kriechbruchfläche hob sich deutlich vom angeschwungenen Riß und der Raumtemperatur-Bruchfläche ab. Es kann allerdings nicht völlig ausgeschlossen werden, daß der primäre Bereich auf plastischen Effekten beruht. Von diesem Effekt wären Rißaufweitung und Meßsignal der Potentialsonde erstaunlicherweise in gleichem Maße betroffen.

Die plastische Verformung der CT-Probe durch Kriechen war gering. Bei 800 °C betrug die plastische Rißaufweitung etwa 20 % der elastischen Aufweitung. Bei 950 °C war die plastische Rißaufweitung um den Faktor 6 gegenüber 800 °C größer. Die Bruchdehnungen im einachsigen Kriechversuch unterschieden sich nur um den Faktor 2 zwischen diesen Temperaturen. Die plastischen Verformungen in der Ebene des Risses erschienen bei 950 °C geringer als in den Kriechversuchen, weil die verformungsabhängige Umlösung der γ' -Phase in den CT-Proben auch nach Versuchszeiten 100 h nicht so weit fortgeschritten wie in den Zugproben war. Die Rißausbreitung in IN 100 kann daher als spröder Vorgang bezeichnet werden. Durch dieses spröde Verhalten waren die Bruchflächen normalflächig, 45°-Scherflächen traten nicht auf. Der ebene Dehnungszustand im Versuch war somit gewährleistet. Durch das inhomogene Gußgefüge und die groben Körner waren die Bruchflächen ausgesprochen uneben (Rauigkeit ≥ 1 mm) und die Form der Rißfront unregelmäßig. Der Riß breitete sich über die Korngrenzen aus.

Durch die Inhomogenität des Gefüges wuchs ein Riß nicht mit stetig ansteigender Geschwindigkeit im tertiären Bereich, sondern ortsabhängig mit etwas variierender Geschwindigkeit (Stufen in Abb. 86 a). Daß es sich hierbei nicht um Meßfehler der Potentialsonde handelt, zeigt ein Vergleich mit der Rißaufweitungsgeschwindigkeit $\dot{s}$ (Abb. 86 b), die ähnlich verläuft. Die Meßanordnung für die Rißaufweitung war in der Auflösung besser und stabiler als die Potentialsonde.

Im folgenden soll die Anwendbarkeit der Parameter K , v_{net} und C^* überprüft werden. Ein geeigneter Parameter sollte die Rißwachstumsrate unabhängig von der vorliegenden Rißlänge und der Probengröße wiedergeben. Um Abhängigkeiten von der Rißlänge nachzuweisen, wurden bei 950 °C Versuche mit konstanter Last, Nettospannung und konstantem K durchgeführt. Bei konstanter Last konnten nur wenige mm stabilen Rißwachstums in der 1 CT-Probe erreicht werden (Abb. 87), die Spannung an der Rißspitze stieg mit der Rißlänge a . Überlegen, auch gegenüber Versuche $K = \text{const}$, waren die Versuche $v_{\text{net}} = \text{const.}$ mit einem stabilen Rißwachstum über 10 mm (Abb. 86 a). Bei dieser Versuchsführung wurde die Last mit der Rißverlängerung stärker reduziert als bei $K = \text{const}$. Bei 800 °C waren derartige Experimente nicht möglich, da wegen der Ungenauigkeit der Potentialsonde die Rißlängen erst durch nachträgliche Auswertung bestimmt wurden (Abschnitt 2.3.2).

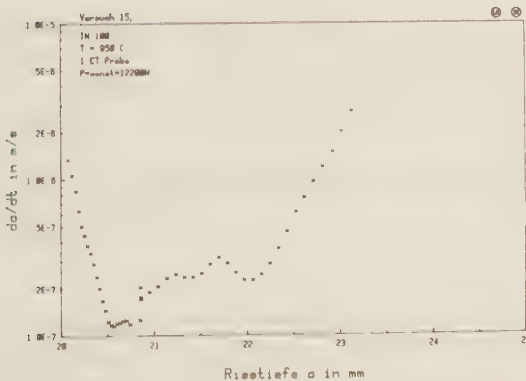
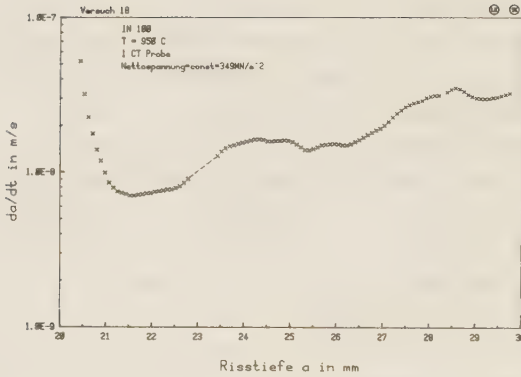
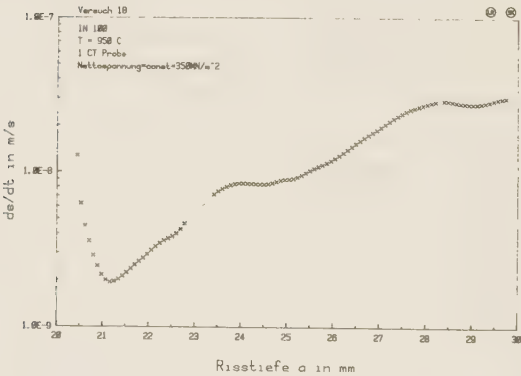


Abb. 87: Rißfortschrittsversuch bei konstanter Last P , Temperatur 950 °C



a) $\dot{a} = f(a)$;

Kurve mit unregelmäßigem Verlauf



b) $\dot{s} = f(s)$;

Kurve läuft analog zu a)

Abb. 86: Rißfortschrittsversuch bei konstanter Nettospannung, Temperatur 950 °C

Der Parameter C^* berechnet nach dem Näherungsverfahren Gl (39), verhielt sich bei 950 °C wie die Nettospannung ($C^* \sim \sigma_{\text{net}}$). Typische Versuchswerte waren $C^* = 10^{-4}$ bis $1 \text{ J/(m}^2\text{s)}$. Eine Literatursichtung (/11/, /81/, /82/, /85/, /90/, /91/, /92/) ergab bei verschiedenen Probenformen und Temperaturen einen Wertebereich von $C^* = 3 \cdot 10^{-4}$ bis $300 \text{ J/(m}^2\text{s)}$ für Nickellegierungen und austenitische Stähle. Die aus Gl. (42) berechneten Verschiebungsgeschwindigkeiten der Lastangriffspunkte stimmten ausgezeichnet (Abweichungen um Faktor 2) mit der

auf die Lastangriffspunkte umgerechneten gemessenen Rißaufweitung überein und bestätigten die Eignung des Näherungsverfahrens für C^* bei hohen Temperaturen.

Bei 800 °C traf dieser Sachverhalt nicht zu. Die berechneten Verschiebungsgeschwindigkeiten lagen um den Faktor 10^{-4} zu niedrig und die Werte für $C^* = 10^{-8}$ bis 10^{-4} J/(m²s) fielen aus dem Bereich der obigen Literaturdaten heraus. Grund dieser Abweichungen ist offensichtlich, daß bei 800 °C das Potenzgesetz (6) in einem Spannungsbereich verwendet wurde, für den die Koeffizienten A_1 und n nicht durch Kriechversuche abgesichert waren. Die Anfangslasten zwischen den Versuchen bei 800 °C ($P = 11\ 000$ bis $15\ 000$ N) und 950 °C ($P = 10\ 000$ bis $12\ 000$ N) unterschieden sich nur geringfügig, d.h. bei den niedrigen Temperaturen ist der Werkstoff außerordentlich empfindlich gegen spröde Rißausbreitung. Die höhere Kriechfestigkeit bei niedriger Temperatur ist kein Indiz für Beständigkeit gegen Rißausbreitung. Die erforderlichen Spannungen, um einen interkristallinen Anriß im Kriechversuch durch Verformung zu erzeugen, sind offensichtlich beträchtlich höher als die Spannungen, die zur Rißverlängerung führen. In diesen niedrigen Spannungsbereichen hätte z.B. ein kleinerer Spannungsexponent als der für Gl. (39) verwendete Wert $n = 13,4$ angesetzt werden müssen (s. Abschnitt 3.2). Ein geeigneterer Ansatz als das Potenzgesetz (6) zur näherungsweisen Bestimmung von C^* wäre Gl. (8).

Die Übereinstimmung zwischen den einzelnen Meßkurven in den Auftragungen $\dot{a} = f(K)$ (Abb. 88 a) bzw. $\dot{a} = f(\sigma_{\text{net}})$ (Abb. 88b) von 1 CT- und 1/2 CT-Proben war bei 950 °C gut, wobei die Auftragung über der Nettospannung eine geringfügig bessere Korrelation im Vergleich zu K brachte. Bei 800 °C traten starke Streuungen der Einzelversuche auf (Abb. 89), so daß weder über einen Größeneffekt der Versuchsproben noch über die Anwendbarkeit der Parameter K bzw. σ_{net} eine Aussage getroffen werden konnte.

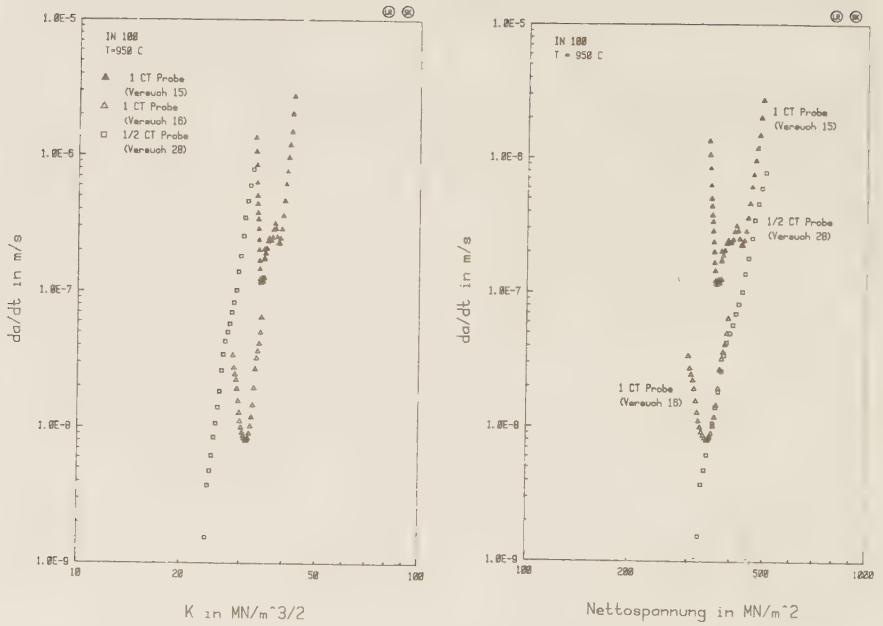


Abb. 88: Übereinstimmender Verlauf der Rißwachstumskurven von
1 CT- und 1/2 CT-Proben bei 950 °C

a) Auftragung $\dot{a} = f(K)$

b) Auftragung $\dot{a} = f(\sigma_{net})$

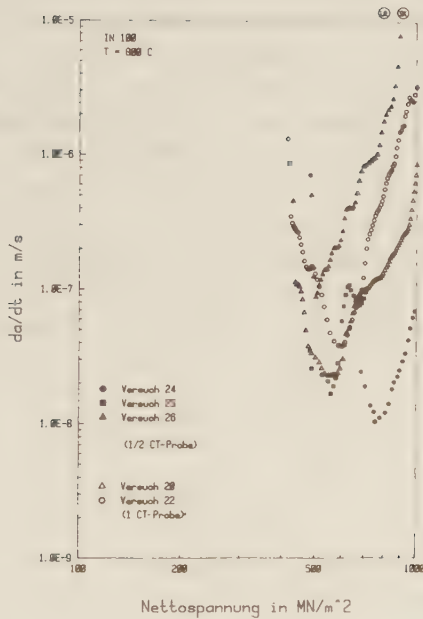


Abb. 89: Starke Streuung der Versuche von 1 CT- und 1/2 CT-Proben bei $800^\circ C$, Auftragung $a = f(\sigma_{net})$

Die in der Literatur verfügbaren Daten enthalten Auftragungen $\dot{a} = f(K)$ mit Meßkurven, die ähnlich verlaufen wie die hier beobachteten tertiären Bereiche. Abb. 90 enthält einen Vergleich von eigenen Versuchen (runde Symbole) mit Messungen nach /81/ an geschmiedetem Udimet 700 bei $750^\circ C$ und $850^\circ C$ (Geraden rechts). Diese Legierung scheint günstiger im Rißausbreitungsverhalten zu liegen. Die Ergebnisse an pulvermetallurgisch hergestelltem IN 100 nach /11/ bei $732^\circ C$ (obere Gerade) zeigten ein ungünstigeres Verhalten als die Werte an der eigenen Gußlegierung.

Wie die Versuche $K = \text{const.}$ bzw. $\sigma_{net} = \text{const.}$ bei $950^\circ C$ zeigten, erhöht sich die Rißwachstumsrate $\dot{a}$ im Laufe dieser Versuche mit der Rißlänge (Abb. 86 a).

Es ist daher nicht zulässig, die Koeffizienten von Gleichungen der Form

$$a = A_7 \cdot K^m \quad (43)$$

$$a = A_8 \cdot \sigma_{\text{net}}^m \quad (44)$$

aus Versuchen $P = \text{const.}$ zu bestimmen, indem alle vorhandenen Meßpunkte z.B. des tertiären Bereiches in geeigneter Darstellung aufgetragen werden. Zur

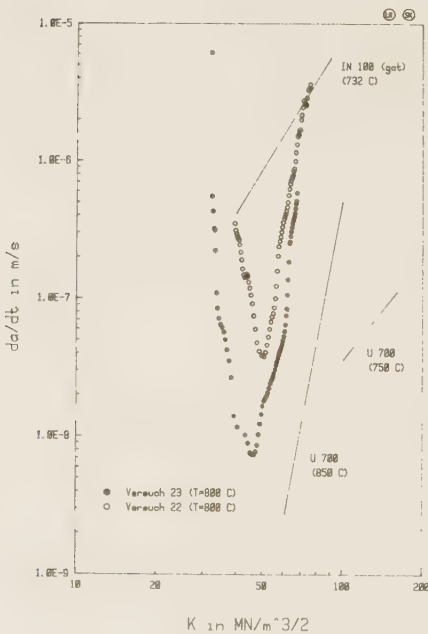


Abb. 90: Vergleich der eigenen Meßkurven bei 800 °C mit Ergebnissen an Udimet 700 bei 750 °C und 850 °C nach /81/ und pulvermetallurgisch hergestelltem IN 100 bei 732 °C nach /11/

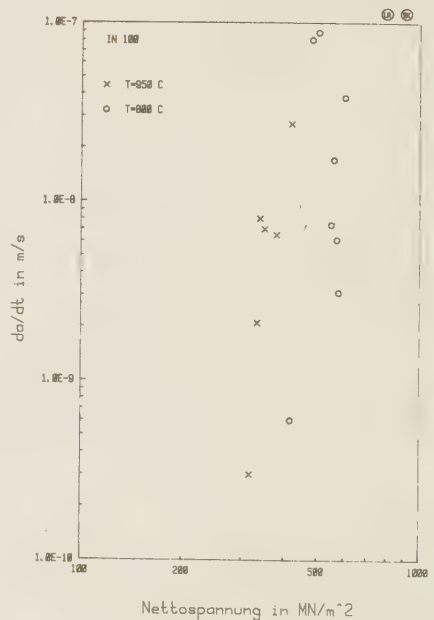


Abb. 91: Minimale Rißwachstumsrate über der Nettospannung für 800 °C und 950 °C

Abschätzung der Konstanten in Gl. (44) und der Schwellwerte einer kritischen Belastung, ab das Rißwachstum auftreten kann, wurden in Abb. 91 die minimalen Rißwachstumsraten über den zugehörigen Nettospannungen auftragen. Die Korrelation der Meßpunkte ist zu gering ($r^2 = 0,084$ bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $r^2 = 0,689$ bei $950\text{ }^{\circ}\text{C}$), als daß die Konstanten A_8 und m sicher bestimmt werden können. Die Frage muß daher offen bleiben, ob sich die Porenwachstumsgleichung (31) auf Rißwachstum übertragen läßt.

Die Schwellspannungen für Rißwachstum lagen bei $\sigma_{\text{net}} = 200$ bis 300 MN/m^2 ($950\text{ }^{\circ}\text{C}$) und $\sigma_{\text{net}} = 300$ bis 400 MN/m^2 ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$). Bei hohen Temperaturen ist daher die Auslegung von Turbinenschaufeln allein über Kriechdaten konservativ. Bei Einsatztemperaturen um $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ muß berücksichtigt werden, daß langsame Rißausbreitung die Lebenszeit des Werkstoffs verringern kann. Damit ist der starke Einfluß von Gußfehlern auf Duktilität und Standzeit im Kriechversuch bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ erklärt.

5.2.3 Kriechversuche mit gekerbten Rundzugproben

Die gekerbten Zugproben (Abb. 1) wurden im Kriechversuch verformt und dabei die Verformungskurven $\epsilon = f(t)$ aufgenommen. Diese Kurven gaben im wesentlichen das Kriechverhalten des ungekerbten Probenschafts wieder, der in die Meßlänge einbezogen war. Die Rißverlängerung im gekerbten Querschnitt wurde nicht gemessen. Als sinnvolle Größe zur Charakterisierung der gekerbten Proben wurde die Standzeit als Funktion der Nettospannung von je 3 Versuchen bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ in Abb. 32 aufgetragen. Entgegen den Erwartungen war die Standzeit der gekerbten Proben besser als die des Neumaterials. Am deutlichsten war dies bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, die Lebensdauer erhöhte sich verglichen mit den Erwartungswerten der Regressionsgeraden um den Faktor 2 bis 4. Die bei duktilen Werkstoffen häufig beobachtete Kerbverfestigung an derartigen Proben war hier nicht zu erwarten, da IN 100 ein besonders sprödes Verhalten bei $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ zeigte. Die Werte der Spannungsintensitätsfaktoren, berechnet mit der Korrekturfunktion nach Tada, u.a. /93/, betrugen bei Versuchsbeginn $K = 14$ bis $18\text{ MN/m}^{3/2}$ ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$) und $K = 6$ bis $8\text{ MN/m}^{3/2}$ ($950\text{ }^{\circ}\text{C}$) und lagen damit unterhalb von den Werten der Rißwachstumsversuche, die in vergleichbaren Zeiten zum Bruch der Proben führten. Das Versagen der gekerbten Proben erfolgte daher nicht durch Wachstum von Rissen ausgehend vom Kerbgrund, sondern durch den gleichen Schädigungs-

mechanismus wie bei den glatten Zugproben: Bildung von Hohlräumen auf den Korngrenzen durch plastische Verformung mit nachfolgender Rißausbreitung. Die Nettospannungen in den Versuchen bei 800°C ($\sigma_{\text{net}} = 530$ bis 614 MN/m^2) waren beträchtlich höher als der kritische Schwellwert $\sigma_{\text{net}} = 300$ bis 400 MN/m^2 für Rißwachstum in CT-Proben. Daraus könnte geschlossen werden, daß der Parameter Nettospannung versagt bei der Beschreibung der langsamen Rißausbreitung, wenn unterschiedliche Probengeometrien verwendet werden. Vermutlich ist aber die Art des verwendeten Kerbs in den Zugproben für diesen Effekt verantwortlich. Der Werkstoff versagte durch interkristalline Rißausbreitung und in den CT-Proben lagen bei Versuchsbeginn interkristalline Risse durch Anschwingen vor. Die gekerbten Zugproben waren nicht angeschwungen, d.h. die interkristallinen Rißkeime mußten erst durch Verformung erzeugt werden. Das belastete Proben-volumen in Kerbnähe war klein ($\approx 4 \text{ mm}^3$) und enthielt wegen des groben Korns nur wenige für Rißwachstum geeignet orientierte Korngrenzenflächen. Die Meßergebnisse der gekerbten Proben deuteten die überlegenen Festigkeitseigenschaften an, die an einkristallinen und gerichtet erstarrten Legierungen nachgewiesen wurden (Kear /3/).

6. Quantitative Beschreibung der Kriechverformung

Die Werkstoffkenngrößen des Kriechversuchs t_B , $\dot{\epsilon}_{\min}$, u.a. hängen nichtlinear von Temperatur, Spannung und Gefügestand ab. Aus wirtschaftlichen Gründen kann zur Beschreibung des Kriechverhalten eines Werkstoffs nur eine beschränkte Anzahl von Versuchen mit begrenzter Versuchsdauer bereitgestellt werden. Wichtig sind folglich Ansätze für diese Werkstoffkenngrößen, deren Koeffizienten aus dem gewonnenen Datenmaterial angepaßt werden können und die eine konservative Interpolation (z.B. auf Zwischentemperaturen, die experimentell nicht erfaßt wurden) und Extrapolation (z.B. auf lange Standzeiten) ermöglichen. Eine erste Näherung für dieses Ziel sind Gleichungen zur Bestimmung der Standzeit (Abschnitt 6.1). In zweiter Näherung benötigen Konstrukteure Gleichungen zur Abschätzung der Kriechkurve $\epsilon = f(t)$ bei vorgegebenen Belastungsbedingungen (Abschnitt 6.2). Die Nachfrage nach derartigen Beziehungen wird durch die wachsende Bedeutung der Methode der finiten Elemente (FEM) zunehmen. Als Endziel ist anzustreben, spezifische Gefügeeigenschaften von unterschiedlichen Werkstoffchargen in diese Gleichungen quantitativ aufzunehmen.

6.1 Extrapolation und Interpolation von Zeitstanddaten

Die Ansätze für die Standzeit t_B , abhängig von Spannung und Temperatur T , gehen von geeigneten Gleichungen für die stationäre bzw. minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ aus, da diese die Lebenszeit des Werkstoffs wesentlich bestimmt. Die Standzeit kann dann aus $\dot{\epsilon}_{\min}$ über die empirische Monkman-Grant-Beziehung /12/ mit $m = 1$ bestimmt werden. Die Temperaturabhängigkeit der Kriechrate sei durch den Arrheniusansatz gegeben. Nachfolgend sollen 4 Ansätze für die Spannungsabhängigkeit auf ihre Eignung hin diskutiert werden.

Sherby-Dorn-Parameter

Dieser Parameter geht vom Potenzgesetz (6) aus. Mit (6), (9) und (12) folgt

$$t_B = A_9 \cdot \sigma^{-n} \cdot \exp(Q/(RT)) \quad (45)$$

Standzeit und Arrheniusfunktion werden zusammengefaßt zum Sherby-Dorn-

Parameter θ_{SD}

$$\theta_{SD} = t_B \exp (-Q/(RT)) \quad (46)$$

Nach geeigneter Anpassung von Q (hier: $Q = 570 \text{ kJ/mol}$) sollten die Meßwerte in der Auftragung $\log \sigma = f(\log \theta_{SD})$ eine Gerade ergeben (Abb. 92). Tatsächlich liegt eine gekrümmte Kurve vor, die in Abb. (92) mit der Hand eingezeichnet wurde. Grund ist, daß der Spannungsexponent n als Steigung dieser Kurve keine Konstante (Abschnitt 3.2) und der einfache Potenzansatz (6) damit ungeeignet ist. Bei Conway /94/ wird empfohlen, in diesem Fall ein Polynom n -ten Grades an die Kurve anzupassen:

$$\log \theta_{SD} = b_0 + b_1 \log \sigma + b_2 (\log \sigma)^2 + \dots + b_n (\log \sigma)^n \quad (47)$$

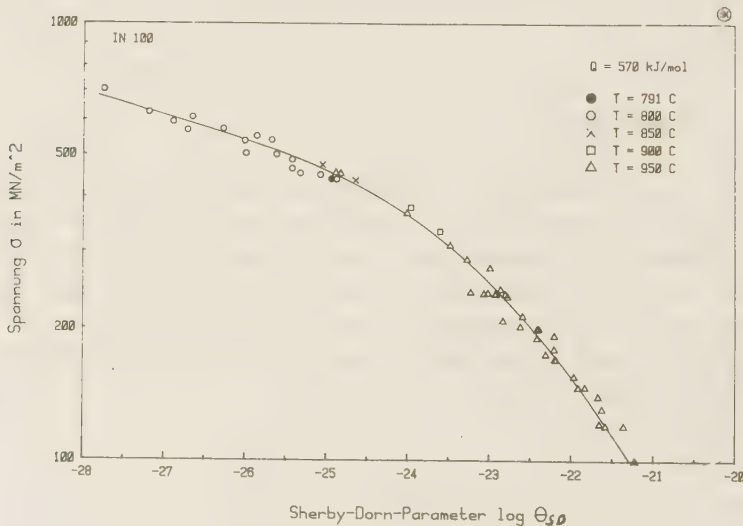


Abb. 92: Gekrümmte Leitkurve des Shery-Dorn-Parameters,
Ergebnisse von Kriechversuchen im Temperaturbereich
800 °C bis 950 °C

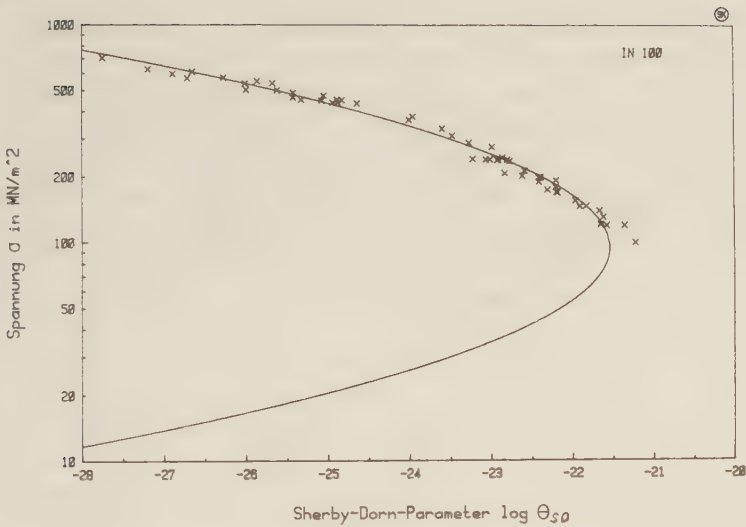


Abb. 93: Anpassung eines Polynom 2. Grades an die Meßwerte von Abb. 92

Eine Extrapolation ist mit dem Polynom /47/ in Verbindung mit Gl. (4.6) nicht möglich, da derartige Polynome Extrema und Wendepunkte haben. In Abb. 93 wurde ein Polynom 2. Grades an die Meßpunkte angepaßt. Das Verhalten des Polynoms bei niedrigen Spannungen ist völlig falsch.

Larson-Miller-Parameter

Der Larson-Miller-Parameter P_{LM} geht vom Exponentialansatz (8) aus. Mit (9) und (12) folgt:

$$t_B = A_{10} \cdot \exp\left(\frac{V\sigma}{kT}\right) \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (48)$$

Nach Logarithmieren und Umstellen der Koeffizienten ergibt sich:

$$\sigma = Q/(L \cdot V) - \beta \cdot P_{LM} \quad (49)$$

β : Konstante

L : Loschmidtzahl

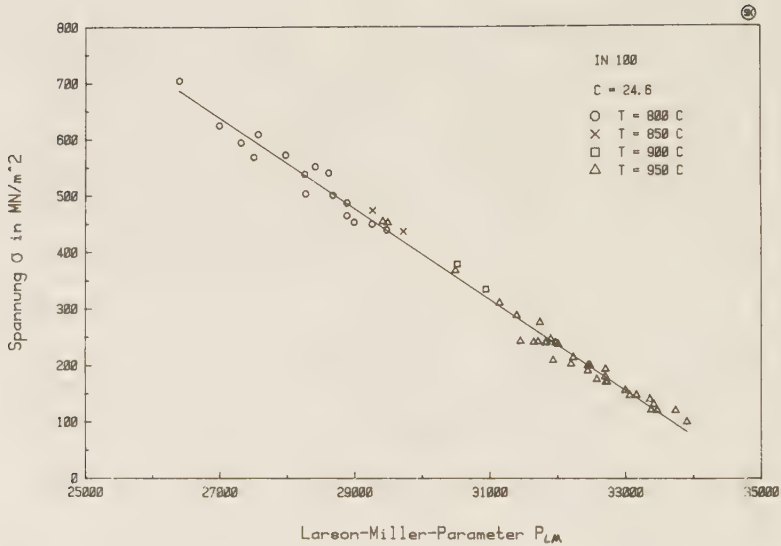


Abb. 94: Larson-Miller-Auftragung mit Zeitstanddaten
 von 800 °C bis 950 °C

mit dem Larson-Miller-Parameter als temperaturkompensierte Standzeit

$$P_{LM} = T (C + \log (t_B/t_{B0})) \quad (50)$$

mit $t_{B0} = 1$ h.

Dieser Ansatz gibt die vorhandenen Daten für Neumaterial sehr gut wieder (Abb. 94). In linearer Auftragung $\sigma = f(P_{LM})$ entsprechend Gl. (49) liegen die Meßpunkte aller Versuchstemperaturen auf einer Geraden mit Korrelation $r^2 = 0,991$. Die Ausgleichsrechnung ergab: $C = 24,6$; $\beta = 8,04 \cdot 10^{-2} \text{ MN}/(\text{K} \cdot \text{m}^2)$, $Q/(L \cdot V) = 2809 \text{ MN}/\text{m}^2$.

Der Exponentialansatz (8) hat den Nachteil, daß er bei einer Extrapolation auf hohe Temperaturen und niedrige Spannungen zu konservativ ist, d.h. die Zeitstandfestigkeit von IN 100 unterschätzt. Ursache ist, daß Gl. (8) bei $\sigma = 0$ eine endliche Kriechrate ergibt (siehe Achsenabschnitte in Abb. 26 und 94). Da durch die Kriechversuche die praxisrelevanten Standzeiten, Temperaturen und Spannungen erfaßt wurden, ist dieser Effekt von geringer Bedeutung. Zur Vermeidung dieses Problems wurden weitere Gleichungen für $\dot{\epsilon}_{\min}$ (s. Ilschner /24/) vorgeschlagen, die neben dem Vorfaktor 3 offene Koeffizienten enthalten, z.B.

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A_{11} \cdot \sigma^{n-1} \cdot \exp(V \sigma / (kT)) \exp(-Q / (RT)) \quad (51)$$

Die daraus resultierende Zeitstandgleichung

$$t_B = A_{12} \sigma^{1-n} \exp(-V \sigma / (kT)) \exp(Q / (RT)) \quad (52)$$

enthält dann bereits 4 Koeffizienten, die durch Ausgleichsrechnung zu bestimmen wären. Das vorliegende Datenmaterial rechtfertigt eine derartige Anpassung statistisch nicht.

Innere Spannung

Die häufig gemachte Beobachtung, daß der Spannungsexponent n aus Gl. (6) keine Konstante ist und sehr große Werte annimmt, führte zum weitverbreiteten Konzept der inneren Spannungen. Dannach bilden die Hindernisse für die Versetzungsbewegung innere Spannungen aus, deren Mittelwert σ_0 von der am Prüfkörper anliegenden Spannung zu subtrahieren ist. Die Versetzungen bewegen sich unter dem Einfluß einer effektiven Spannung σ_{eff} :

$$\sigma_{\text{eff}} = \sigma - \sigma_0 \quad (53)$$

Gl. (6) wird modifiziert zu

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A_{13} (\sigma - \sigma_0)^n \quad (54)$$

Aus (54), (9) und (12) folgt die Zeitstandgleichung

$$t_B = A_{14} (\sigma - \sigma_0)^{-n} \exp(Q / (RT)) \quad (55)$$

Es kann angenommen werden, daß bei konstanter Temperatur die innere Spannung σ_0 eine von der Spannung unabhängige konstante Größe ist, die z.B. den Hinderniswiderstand der γ -Teilchen wiedergibt. Dann gelingt eine Annäherung von Gl. (55) an die Daten nur, wenn der Koeffizient σ_0 negative und beliebig kleine Werte annimmt. Von der Theorie her sind negative Werte kein sinnvolles Ergebnis. Ursache für dieses Verhalten ist die konvexe Krümmung der Sherby-Dorn-Leitkurve Abb. 92. Das umgekehrte Krümmungsverhalten wurde von Schepp /18/ an IN 617 beobachtet. Hier war die Anwendung von Gl. (54) möglich. In der Literatur (z.B. bei /25/) wird angenommen, daß σ_0 keine Konstante, sondern abhängig von der Spannung ist. Da über diese Funktion wenig Klarheit besteht und wegen der mathematisch ungünstigen Form der Gl.(54) für die Ausgleichsrechnung erscheint eine Verwendung dieses Ansatzes für eine Zeitstandgleichung nicht gerechtfertigt. Es wurden Meßmethoden zur Bestimmung von σ_0 vorgeschlagen (Ahlquist, Nix /95/, Dennison, u.a. /5/), die von ihrer Aussage und der Genauigkeit her höchst umstritten sind (Gibeling und Nix /96/, McLean /97/, Jones, Rohde /98/, Kloucek /99/).

Zustandsgleichung nach Hart

Hart /100/ leitete phänomenologisch für die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate eine Beziehung ab:

$$\dot{\epsilon}_S = A_{15} (\ln(\sigma^*/\sigma))^{-1/\lambda} \quad (58)$$

Mit (9) und (12) folgt

$$t_B = A_{16} (\ln(\sigma^*/\sigma))^{1/\lambda} \cdot \exp(Q/(RT)) \quad (57)$$

und

$$\theta_{SD} = t_B \cdot \exp(-Q/(RT)) = A_{16} (\ln(\sigma^*/\sigma))^{1/\lambda} \quad (58)$$

Nach der Anpassung der Konstanten Q , σ^* und A_{16} durch multiple Regression sollte eine Auftragung der Meßpunkte $\ln(\ln(\sigma^*/\sigma))$ über dem Sherby-Dorn-Parameter $\ln \theta_{SD}$ eine Gerade ergeben. Dies war mit guter Näherung der Fall (Abb. 95). Die Konstanten waren: $Q = 514 \text{ kJ/mol}$, $\sigma^* = 975 \text{ MN/m}^2$, $\lambda = 0,1334$, $A_{16} = 2,66 \cdot 10^{-22} \text{ h}$.

Die vorhandenen Daten im Zeitstanddiagramm werden durch Gl. (57) günstig beschrieben und es ist eine sinnvolle Extrapolation über diese Gleichung möglich (Abb. 96) sofern sich nicht der Verformungsmechanismus im extrapolierten Bereich drastisch ändert. Wie durch eine Anwendung von Gl. (57) auf eine Vielzahl an Werkstoffen nachgewiesen wurde (Anwendung und Literaturstellen s. Johnson, u.a. /101/), stellt σ^* angenähert einen Strukturparameter dar. Es wurde an diesen Werkstoffen nachgewiesen, daß σ^* der Zugfestigkeit bei niedrigen Temperaturen entspricht. Im vorliegenden Fall war σ^* etwas größer als die Zugfestigkeit bei RT ($\sigma_B = 900 \text{ MN/m}^2$).

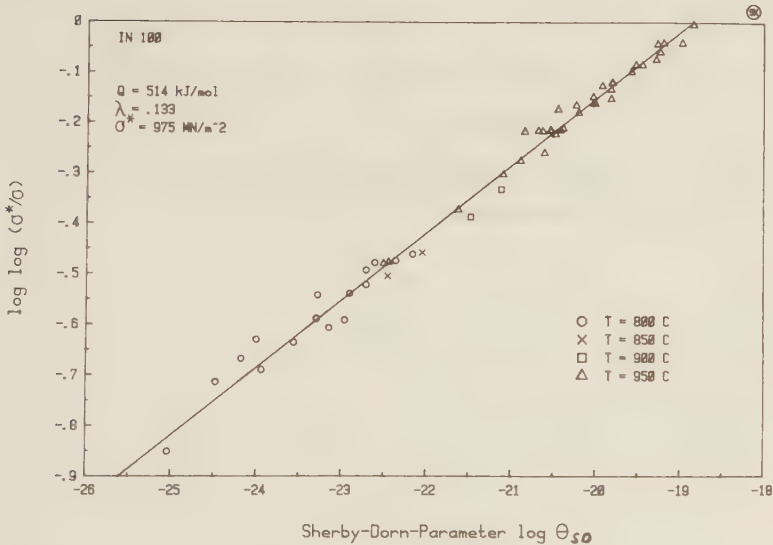


Abb. 95: Auftragung der normierten Spannung über Sherby-Dorn-Parameter nach Gl. 58 mit Zeitstanddaten von 800 °C bis 950 °C

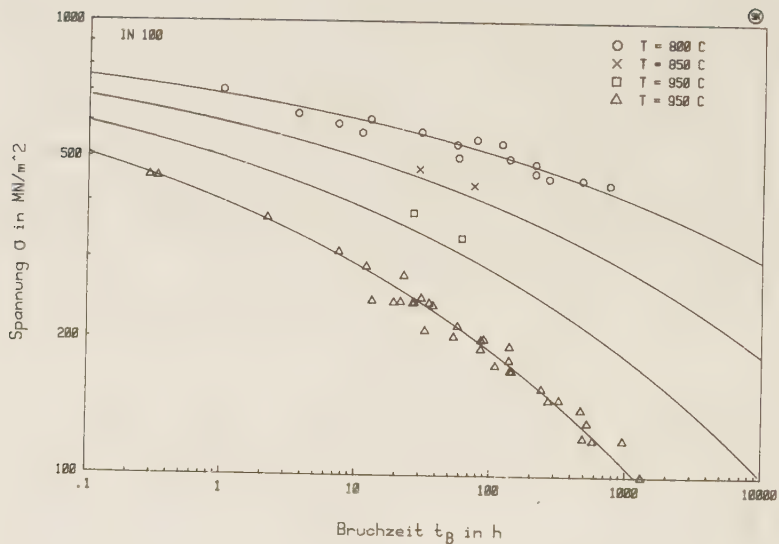


Abb. 96: Vergleich der aus Gl. 58 berechneten Zeitstandkurven mit den Meßdaten im Zeitstanddiagramm

6.2. Näherungsgleichung für die experimentell bestimmten Kriechkurven

Um eine Gleichung für die Kriechkurve $\epsilon = f(t)$ und ihre Spannungs- und Temperaturabhängigkeit zu gewinnen, wurde folgender vierstufiger Weg eingeschlagen. Ausgangspunkt ist ein Ansatz für stationäres Kriechen (Abb. 97a).

Diese Gleichung wird um Beiträge ergänzt, welche

- die irreversible Gefügeschädigung und damit den tertiären Bereich (Abb. 97b),
- die Entfestigung durch Gleitbandbildung im sekundären Kriechbereich (Abb. 97c) und
- die Verfestigung im primären Bereich der Kriechkurve wiedergeben (Abb. 97d).

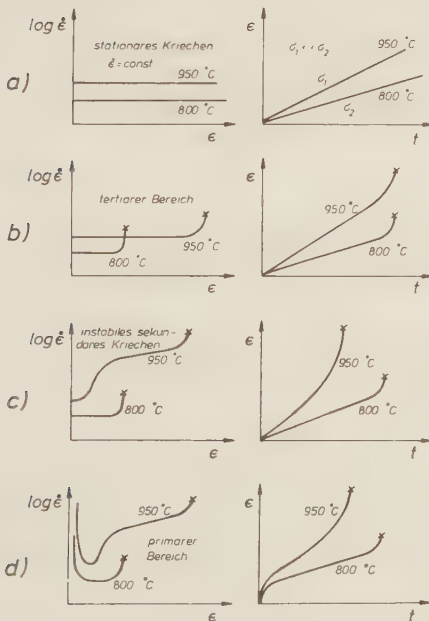


Abb. 97: Anforderungen für die quantitative Beschreibung der gemessenen Kriechkurven

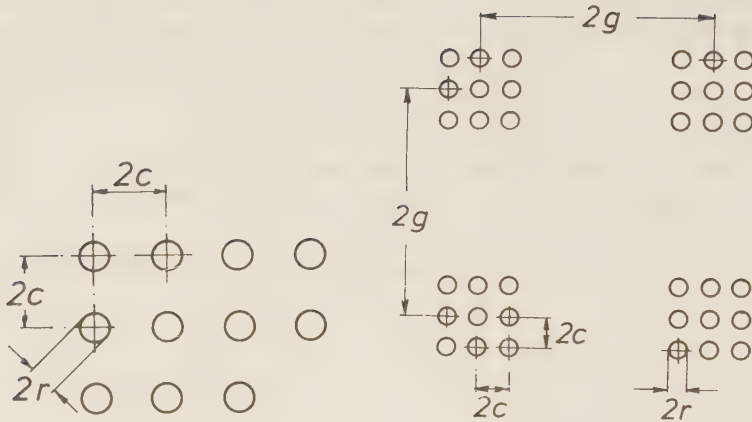


Abb. 98: Vereinfachte Anordnungen für Poren auf Korngrenzen

a) Keimbildung an Karbiden

b) Gußporosität

Als geeigneter Ansatz für stationäres Kriechen wurde Gl. (11) mit den durch Ausgleichsrechnung bestimmten Konstanten V , Q und A_4 gewählt (Abschnitt 3.3).

Für den tertiären Bereich wurde davon ausgegangen, daß Material ohne Gußfehler vorlag und die Schädigung durch Porenbildung und Porenwachstum an Karbiden auf Korngrenzen erfolgte (s. Abschnitt 5.1.4). Es wird ein Schnitt durch die Probe senkrecht zur Zugachse betrachtet. Die Poren mit Radius r seien in dieser Ebene auf einem quadratischen Raster im Abstand $2c$ angeordnet (Abb. 98 a). Unter der äußeren Spannung σ vergrößert sich ihr Volumen nach der Wachstumsgleichung (31). Bei annähernd kugelförmigen Poren folgt aus (31) für die Wachstumsrate des Porenradius r

$$\dot{r} = B_5 \cdot \dot{\epsilon}_p / r^2 \quad (59)$$

$\dot{\epsilon}_p$: Kriechrate in Porennähe

Durch Integration von (59)

$$\int_{r_0}^r r^2 dr = \int_0^t B_5 \dot{\epsilon}_p dt = B_5 \cdot \epsilon \quad (60)$$

folgt eine Gleichung, die formal dem Zeitgesetz der Ostwaldreifung für Teilchenvergrößerung ähnlich sieht:

$$r^3/3 - r_0^3/3 = B_5 \cdot \epsilon \quad (61)$$

Der Radius r_0 der Porenkeime war nicht bekannt. Diesem kann willkürlich ein kleiner Wert zugeordnet werden ($r_0 = 50$ nm), denn nach Gl.(59) wachsen kleine Poren beträchtlich rascher als große, so daß die Wahl von r_0 keinen wesentlichen Einfluß auf die Ergebnisse hat. Für eine vereinfachte Rechnung könnte angenommen werden, daß die Dichte der Poren und damit der Abstand $2c$ im Kriechversuch konstant ist. Diese Annahme ist wenig realistisch, wie die Gefügeuntersuchungen an verformten Proben zeigten. Bei mittleren Dehnungen im sekundären Bereich wurden keine durch Verformung entstandenen Hohlräume gefunden. Näherungsweise hängt die Dichte der Porenkeime direkt proportional von der Dehnung ab und es gilt für die Porendichte:

$$\rho = k_1 \cdot \epsilon \quad (62)$$

Dieser Ansatz führt zu einer dehnungsabhängigen Größenverteilung von Poren, die dem einfachen Modell in Abb. 98 a nicht mehr entspricht. Da die neuentstehenden kleinen Poren sehr rasch wachsen, kann diese Größenverteilung durch die Anordnung Abb. 98 a mit Poren (mittlerer Radius r) angenähert werden, wobei der Abstand $2c$ von der Porendichte abhängt:

$$c = k_2/\sqrt{\rho} = k_2/\sqrt{\epsilon} \quad k_1 = k_3/\sqrt{\epsilon} \quad (63)$$

Die Konstante k_3 kann aus dem mittleren Porenabstand nach dem Bruch der Proben durch Gefügeuntersuchungen bestimmt werden ($k_3 = 1,6 \cdot 10^6$ m).

Durch die wachsende Zahl und Größe der Poren während der Verformung verringert sich der tragende Querschnitt der Probe in der bisher betrachteten Ebene um

$$D_k = \bar{r}^2 \pi / (4 c^2) \quad (64)$$

Damit erhöht sich die Spannung im betrachteten Querschnitt entsprechend dem Vorschlag von Kachanov /102/ um den Faktor $\sigma/(1 - D_k)$. Die Kriechrate $\dot{\epsilon}_p$ in Probennähe ist

$$\dot{\epsilon}_p = A_4 \cdot \exp(V\sigma/(kT(1 - D_k))) \cdot \exp(-Q/(RT)) \quad (65)$$

Der Bruch erfolgt, wenn $D_k \rightarrow 1$. Als Bruchkriterium wurde hier gewählt:

$$\sigma/(1 - D_k) > \sigma_B = 900 \text{ MN/m}^2.$$

Durch die Gl. (65) können bereits Bruchdehnung und Standzeit berechnet werden. Um aber den tertiären Bereich in Abb. 97 b wie im Kriechversuch gemessen zu erhalten, muß die Verteilung der geschädigten Ebenen auf der Meßlänge berücksichtigt werden. Die Zunahme der makroskopischen Kriechrate im tertiären Bereich ist gegeben durch erhöhte Kriechraten in Porennähe und durch die Zunahme des Probenvolumens durch Poren und Risse. Der letztere Effekt soll wegen der geringen Porendichten vernachlässigt werden. Es wird stark vereinfachend angenommen, daß die geschädigten Ebenen sich als scheibenförmiges Volumen der Dicke r (Dicke in Richtung der Zugachse) mit der Kriechrate nach Gl. (64) und die übrigen Probenbereiche sich stationär verformen. Der Abstand der geschädigten Ebenen ist durch die Korngröße l_k gegeben. Für die makroskopische Kriechrate gilt dann:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_s \cdot (l_k - \bar{r})/l_k + \dot{\epsilon}_p \bar{r}/l_k \quad (66)$$

Der Einfluß von Gußfehlern kann prinzipiell durch eine ähnliche Vorgehensweise erfaßt werden. In Abb. 98 b ist eine geeignete Anordnung von Gußporen mit Radius r eingezeichnet. Die Dichte dieser Poren ist konstant.

Die Ursachen für die Entfestigung von IN 100 im sekundären Kriechbereich wurden in Abschnitt 4.4.3 erläutert. Diese Entfestigung ist abhängig von

Dehnung und Temperatur. Eine empirische Gleichung für diesen Effekt ist:

$$\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_s = k_4 \cdot \exp[\exp(-k_5/\epsilon)] \quad (67)$$

Für die Konstante k_4 gilt:

$$k_4 = \dot{\epsilon}_{\max} / \dot{\epsilon}_s \approx 100 \quad (68)$$

wobei $\dot{\epsilon}_{\max}$ die Asymptote der sekundären Kriechrate nach vollständiger Entfestigung eines Gleitsystems ist. Der Parameter k_5 enthält die Abhängigkeit von der Temperatur:

$$k_5 = 0,02 \cdot [D_{950} / (8 \cdot D) + 1] \quad (69)$$

D_{950} : Volumendiffusion bei 950 °C in m^2/s

D : Volumendiffusion bei Versuchstemperatur in m^2/s

Nach Beere /63/ gilt für Nickellegierungen:

$$D = 1,6 \cdot 10^{-4} \exp (-2,77 \cdot 10^3 / (RT)) \quad (70)$$

Zur Beschreibung des primären Kriechbereiches ist eine Vielzahl empirischer Gleichungen bekannt, die bei Oding /103/ zusammenfassend dargestellt sind. Als besonders geeignet wurde von Evans und Wilhere /23/ der Ansatz von Garofalo /104/ bewertet:

$$\epsilon = \epsilon_1 + \epsilon_t \cdot (1 - \exp(-m t)) + \dot{\epsilon}_s \cdot t \quad (71)$$

$$\text{bzw.} \quad \dot{\epsilon} = m \epsilon_t - \exp(-m \cdot t) + \dot{\epsilon}_s \quad (72)$$

Die Konstanten m und ϵ_t wurden aus gemessenen Kriechkurven von IN 100 bestimmt. In den Auftragungen $\epsilon = f(t)$ und $\dot{\epsilon} = f(t)$ stimmten die Ergebnisse aus Gl. (71) und (72) mit den Messungen annähernd überein. Die Auftragung $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ in Abb. 99 zeigt allerdings zwei erhebliche Mängel von Gl. (71). Die Kurvenkrümmung des primären Bereichs und der annähernd konstante Schnittpunkt der Kurven mit den $\dot{\epsilon}$ -Achse entsprechen nicht den Messungen (vgl. Abb. 16). Ein

verbesserter Ansatz, der diesen Befund berücksichtigt, ist

$$\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_s = 1 + k_5 \cdot \exp(-m \cdot \epsilon) \quad (73)$$

Die Konstante $k_5 = 2,25 \cdot 10^3$ wurde aus den Meßkurven bestimmt. Der Parameter m enthält die Abhängigkeit von der Temperatur

$$m = 6,35 \cdot 10^3 / [D_{950} / (30 \cdot D) + 1] \quad (74)$$

Setzt man Gl. (11), (61), (63), (64) und (65) in Gl. (6.) ein und multipliziert diese mit Gl. (67) und (73), erhält man die gewünschte Kriechgleichung $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ für gußfehlerfreies IN 100. Die Kriechkurve $\epsilon = f(t)$ kann durch numerische Integration berechnet werden:

$$t = \int_0^{\epsilon} (1/\dot{\epsilon}) d\epsilon \quad (75)$$

Die plastische Anfangsdehnung wird in der Kriechgleichung vernachlässigt (s. Abschnitt 3.1).

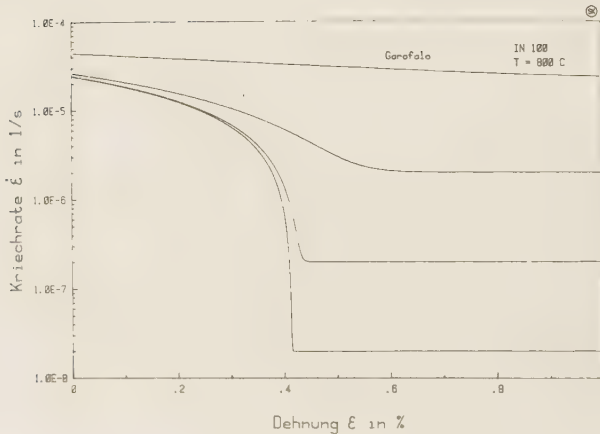


Abb. 99: Verlauf des primären Bereiches berechnet mit Gl. 72 nach Garofalo /104/

Tabelle 7: Vergleich der nach Gl. (66) berechneten Kennwerte (Werte rechts) mit Versuchswerten von nachverdichteten Proben (Werte links)

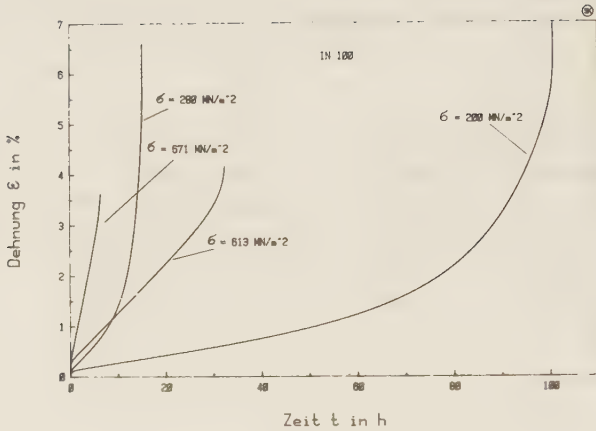
800 °C

Versuch	σ in MN/m ²	t_B in h	ϵ_B in %	$\dot{\epsilon}_{\min}$ in s ⁻¹
V 63	565	55/121	2,5/4,6	$7,7 \cdot 10^{-8}$ / $7,5 \cdot 10^{-8}$
V 64	613	48/32	4,9/4,2	$1,5 \cdot 10^{-7}$ / $2,7 \cdot 10^{-7}$
V 66	671	11,2/6,5	4,3/3,6	$6,9 \cdot 10^{-7}$ / $1,3 \cdot 10^{-6}$

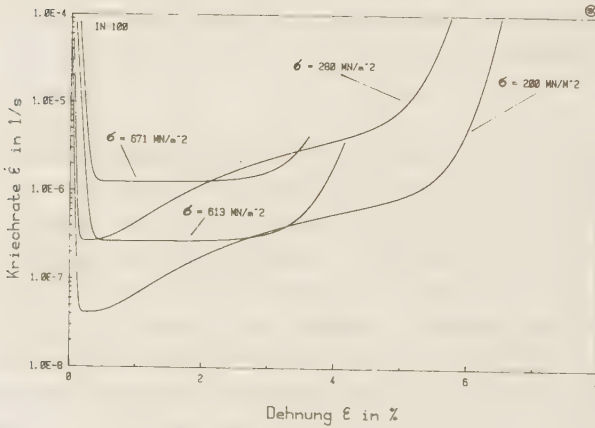
950 °C

Versuch	σ in MN/m ²	t_B in h	ϵ_B in %	$\dot{\epsilon}_{\min}$ in s ⁻¹
V 53	201	106/101	9,7/7,1	$5,4 \cdot 10^{-8}$ / $4,2 \cdot 10^{-8}$
V 54	241	30/38	10,7/6,9	$2,7 \cdot 10^{-7}$ / $1,1 \cdot 10^{-7}$
V 61	280	13,3/15,2	10,5/6,6	$7,4 \cdot 10^{-7}$ / $2,7 \cdot 10^{-7}$
V 62	280	16,6/15,2	9,7/6,6	$6,0 \cdot 10^{-7}$ / $2,7 \cdot 10^{-7}$

Abb. 100 enthält jeweils 2 Kriechkurven $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ bzw. dazugehörig $\epsilon = f(t)$ für 800 °C und 950 °C, wie sie aus der Kriechgleichung (66) berechnet wurden (vgl. mit Abb. 18 und 19). In Tabelle 7 werden die berechneten Kennwerte t_B , ϵ_B , $\dot{\epsilon}_{\min}$ mit den Meßwerten für heißgepreßte Proben verglichen. Die Übereinstimmung ist im Rahmen der Streuung der Einzelmeßwerte gut. Die Werte für $\dot{\epsilon}_{\min}$ liegen überwiegend über den berechneten Ergebnissen. Ursache ist, daß die Gleichung für stationäres Kriechen aus Meßwerten für Neumaterial bestimmt wurde. Die minimalen Kriechraten von heißgepreßtem Material lagen zumindest bei 950 °C wegen der größeren γ' -Teilchen systematisch etwas höher als bei Neumaterial (s. Tab. 3).



a) Kriechkurven $\varepsilon = f(t)$



b) differenzierte Kriechkurven $\dot{\varepsilon} = f(\varepsilon)$

Abb. 100: aus Gl. 66 berechnete Kriechkurven für 800 °C ($\sigma = 613$ und 671 MN/m^2) und 950 °C ($\sigma = 200$ und 280 MN/m^2)

7. Zusammenfassung

Es wurden Kriechversuche $\sigma = \text{const.}$ an der Nickelbasis-Gußlegierung IN 100 von 800 °C bis 950 °C im praxisrelevantem Spannungs- und Standzeitbereich durchgeführt. Der Potenzansatz war zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechrate nicht geeignet. Durch einen Exponentialansatz für die Spannungsabhängigkeit in Verbindung mit der Arrheniusfunktion war eine ausgezeichnete Anpassung der Meßdaten über den gesamten Temperaturbereich möglich. Entsprechend dem Exponentialansatz erwies sich der Larson-Miller-Parameter als günstig zur Beschreibung der Standzeit. Eine Extrapolation zu hohen Temperaturen und kleinen Spannungen hin ist mit diesem Verfahren konservativ. Ähnlich geeignet war ein Ansatz mit der Hart'schen Zustandsgleichung. Der Aufwand zur Anpassung der Koeffizienten war hierbei höher, führte aber zu einem Strukturparameter, der der Zugfestigkeit des Werkstoffs entsprach. Ein ungünstiges Verhalten zeigten Sherby-Dorn-Parameter und der Ansatz der inneren Spannungen. Die Bestimmung der Werkstoffkenngrößen Spannungsexponent n und Aktivierungsenthalpie Q durch Last- bzw. Temperaturwechselversuche erbrachte keine befriedigende Genauigkeit für eine quantitative Anwendung.

Das Mikrogefüge war bei Versuchstemperatur um 800 °C stabil. In einigen Versuchen wurde die Entstehung von versprödender α -Phase nachgewiesen. Bei höheren Temperaturen trat eine Vielzahl von Gefügeänderungen auf, die teilweise durch die Verformung zeitlich beschleunigt wurden. Insbesondere lösten sich die Teilchen der geordneten γ' -Phase zu einer floßartigen Anordnung um. Der hohe Volumenanteil dieser Phase bestimmt die Festigkeitseigenschaften von IN 100. Einhergehend mit den Gefügeumwandlungen verringerte sich die Kriechfestigkeit des Werkstoffs im Versuch. Verursacht wurde diese Entfestigung durch die Bildung von ausscheidungsfreien Gleitbändern in den Hauptgleitebenen der beweglichen Versetzungen. Um die Bildung dieser Gleitbänder zu erklären, wurde aufgrund elektronenmikroskopischer Beobachtungen ein geeigneter Verformungsmechanismus vorgeschlagen. Hierbei löst sich die γ' -Phase durch anliegende Versetzungen so um, daß die Teilchen dieser Phase durchtrennt wird. Zur Vermeidung der Entfestigung sollte die Grenzflächenenergie zwischen γ' und γ -Matrix möglichst groß sein. Demgegenüber muß zur Unterdrückung von Ostwaldreifung die Grenzflächenenergie klein sein. Im vorliegenden Fall war aber Teilchenvergrößerung durch Ostwaldreifung ohne Bedeutung für die Kriechfestig-

keit. Der Effekt, daß sich Versetzungen unter Einfluß ihrer Linienspannung in γ' -Phase einschneiden können, kann günstig verwendet werden, um über TEM die Grenzflächenenergie zwischen Matrix und γ' -Phase zu bestimmen.

Die verringerte Kriechfestigkeit nach Verformung konnte durch eine Wärmebehandlung bei 1220°C regeneriert werden. Wegen des geringen Abstands zur Soliduslinie und den kleinen Querschnitten von Turbinenschaufeln kann bei diesen Glühungen eine interkristalline Schädigung des Werkstoffs erfolgen. Eine Anwendung der regenerativen Wärmebehandlungen erscheint daher nur bei Einsatz von einkristallinen Werkstoffen sinnvoll /3/.

Die Werkstoffschädigung durch Verformung, die zum Bruch führte, ging von Gußfehlern (Gußporen und Fremdeinschlüssen) aus. In gußfehlerfreiem Material entstanden an den Karbiden auf den Korngrenzen und in den großflächigen γ' -Inseln Hohlräume in geringer Dichte, deren Bildung den interkristallinen Bruch einleitete.

Zur Unterdrückung der Karbidbildung und Verbesserung der Duktilität sollte der Kohlenstoffgehalt der Legierung abgesenkt werden. Nach Quichou, u.a. /105/ würde damit gleichzeitig der Anteil der Gußporosität verringert werden. Die Bruchdehnung variierte mit den jeweils vorliegenden Schädigungsmechanismen stark und ist zur Beurteilung des Werkstoffs im Kurzzeitversuch geeignet.

In Rißfortschrittsmessungen an gekerbten CT-Proben wurde nachgewiesen, daß der Werkstoff bei 800 °C außerordentlich empfindlich auf interkristalline Anrisse und damit auf Gußfehler reagierte. Die Lasten, die zu stabiler Rißausbreitung mit vergleichbarer Geschwindigkeit führten, waren bei 800 °C und 950 °C trotz erheblicher Unterschiede in der Kriechfestigkeit nahezu identisch. Ein Einfluß der Probengröße auf die Rißwachstumsraten wurde nicht festgestellt. Die Netto-spannung als einfach zu bestimmende Größe beschrieb das Rißausbreitungsverhalten als Parameter befriedigend.

Um lokale Verformung und Rißbildung durch Kriechverformung zu erkennen, sollten die Eigenfrequenzspektren der Turbinenschaufeln nach Betriebsbeanspruchung mit den Werten der neuen Schaufel vor Einsatz verglichen werden.

Über die Gefügeeigenschaften und mit den vorhandenen Verformungsdaten wurden

die Koeffizienten einer Gleichung bestimmt, aus der die Kriechkurve $\epsilon = f(t)$ für IN 100 im untersuchten Temperatur- und Spannungsbereich berechnet werden kann. Mit dieser Gleichung liegen für den Konstrukteur alle wesentlichen Kenngrößen der Kriechverformung vor.

8. Anhang

8.1. Grenzflächenenergie zwischen γ -Matrix und γ' -Phase

Bei hohen Temperaturen entstanden auf der Grenzfläche γ - γ' wegen der Gitterfehlpassung Versetzungsnetzwerke (Abschnitt 4.2). Elektronenmikroskopisch wurde bei hohen Vergrößerungen beobachtet, daß sich die Versetzungen des Netzwerks in die γ -Phase eindrücken (Abb. 50). Die Versetzungslinie liegt dann in einer Rinne auf der Oberfläche des γ' -Teilchens. Es wirken offensichtlich Kräfte auf die Versetzungen, die im Gleichgewicht mit der Grenzflächenenergie γ_i stehen. Aus elektronenmikroskopischen Beobachtungen kann somit prinzipiell die Grenzflächenenergie bestimmt werden. Ihre Größe ist für die Vergrößerungsgeschwindigkeit der γ' -Teilchen maßgebend. Für diesen Kennwert gibt es nach Kenntnisstand des Autors bisher nur einen einzigen experimentell bestimmten Wert. Ardell und Nicholson /36/ fanden $\gamma_i = 0,030 \text{ J/m}^2$ an einer Modelllegierung Ni -6,7 Gew. % Al durch Beobachtung der Ostwaldreifung im Temperaturbereich 625 - 775 °C. Dieser Wert kann nicht ohne Vorbehalt auf andere Nickellegierungen übertragen werden. Die Grenzflächenenergie hängt von der Zusammensetzung der Legierung ab und fällt bei $T > 700 \text{ °C}$ stark mit der Temperatur ab. Nach Berechnungen von Lee und Aaronson /35/ liegt der Temperaturkoeffizient hier bei $1,6 \cdot 10^{-3} \text{ 1/K}$.

Die treibende Kräfte für die Rinnenbildung können sein:

- Anziehungskräfte über das elastische Verzerrungsfeld zwischen Versetzungen mit Burgersvektor entgegengesetzten Vorzeichens. Derartige Versetzungen liegen sich im Netzwerk am γ' -Teilchen gegenüber.
- Verringerung der Linienenergie, die im Versetzungsnetzwerk enthalten ist.

Zur Beurteilung dieser Fälle sollen zwei einfache Modelle betrachtet werden. Zwei Stufenversetzungen $b = a_0/2 \langle 110 \rangle$ aus dem Kohärenznetzwerk stehen sich auf einem plattenförmigen oder zylindrischen γ' -Teilchen im Abstand d gegenüber (Abb. 101). Die anziehende Kletterkraft F ist für das isotrope Medium nach Nabarro /55/

$$F = Gb^2/(2 \cdot d \cdot \pi(1 - \nu))$$

(76)

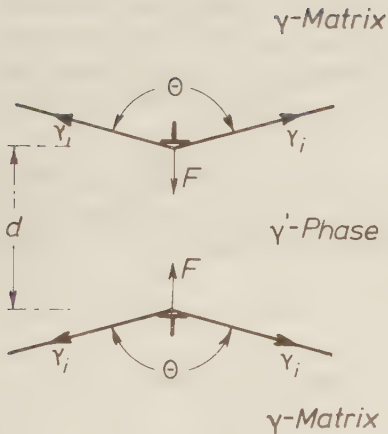


Abb. 101: Gleichgewicht zwischen Oberflächenspannung und anziehender Kraft von zwei Stufenversetzungen auf Teilchengrenzfläche

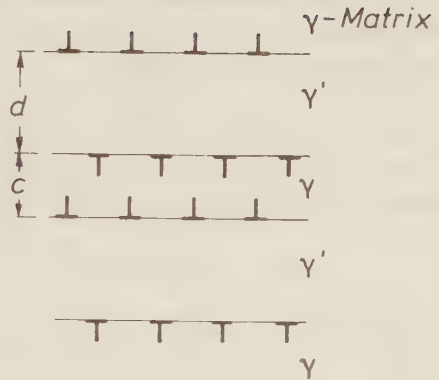


Abb. 102: reale Anordnung der Kohärenzversetzungen

Wegen der Kletterkraft F nähern sich die Versetzungen einander an und bilden zwei Kerben bzw. Rinnen, deren Winkel sich aus dem Gleichgewicht zwischen Grenzflächenenergie γ_i und Kraft F ergibt:

$$F = 2 \cdot \gamma_i \cdot \cos(\theta/2) \quad (77)$$

Mit $\theta = 120^\circ$, $G = 54 \text{ GN/m}^2$, $\nu = 0,306$ und $d = 0,5 \mu\text{m}$ folgt:

$$\gamma_i = 1,6 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$$

Dieser Werterscheint im Vergleich zum Ergebnis von $\gamma_i = 0,03 \text{ J/m}^2$ zu klein. Diese Rechnung würde den Wert für γ_i obendrein überschätzen. In der tatsächlich vorliegenden Versetzungsanordnung Abb. 102 heben sich die Kletterkräfte nahezu auf, d.h. die Kletterkraft kann für den Effekt der Rinnenbildung vernachlässigt werden.

Der Einfluß der Linienenergie U_1 kann nicht durch eine einfache Gleichgewichtsbetrachtung von Kräften bestimmt werden. Eine Lösung ist über die Berechnung von Grenzflächenenergie und Linienenergie eines Teilchens mit vorgegebener Geometrie möglich.

Es sei ein stabförmiges γ' -Teilchen mit Radius r_0 im Gefüge mit einem hexagonalen Netzwerk aus Stufenversetzungen $b = a_0/2 \langle 110 \rangle$ der Wabengröße d_v bedeckt (Abb. 103 a). Die Zahl n der Waben pro Einheitslänge des Teilchens ist

$$n = 4 \cdot r \cdot \pi / (d_v^2 \sqrt{3}) \quad (78)$$

Die gesamte Linienlänge l der Versetzungen pro Einheitslänge beträgt dann

$$l = 4 r_0 \cdot \pi / d_v \quad (79)$$

Im isotropen Medium ist die Linienenergie einer Stufenversetzung nach Nabarro /55/

$$E_1 = [Gb^2 / (4 \pi (1-\nu))] \cdot \ln (R_v / (\alpha \cdot b)) \quad (80)$$

R_v : Abstand paralleler Versetzungen umgekehrten Vorzeichens

α : relative Größe des Versetzungskerns $\alpha \approx 1$

Für die gesamte Linienenergie U_{10} pro Einheitslänge erhält man

$$U_{10} = l \cdot E_1 = [r_0 G b^2 / (d_v (1-\nu))] \cdot \ln (R_v / (\alpha \cdot b)) \quad (81)$$

Um die Linienlänge zu verkürzen, drückt sich das Versetzungsnetzwerk in den Stab ein und bildet buckelartige Erhebungen der Höhe h in den Waben, die durch Kugelsektoren mit Radius r_2 angenähert werden. Wenn vor Auflegen des Netzwerks die Fläche in der Wabe nahezu eben war (Abb. 103 b), verringert sich der

effektive Radius r_e des Teilchens in den Rinnen auf

$$r_e = r_0 - r_1 + r_2 \quad (82)$$

Kegel und Kugelausschnitt in Abb. 103 b müssen gleiches Volumen haben. Wenn $n_1 \gg a$, dann folgt aus geometrischen Betrachtungen die Näherung

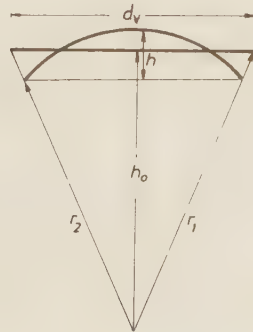
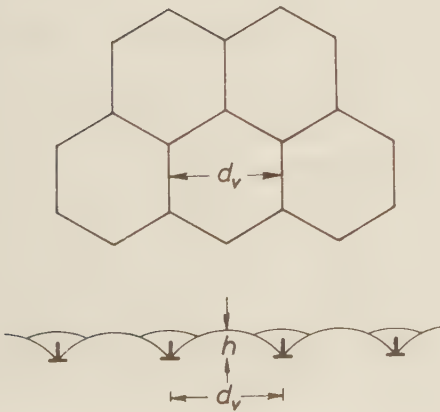
$$r_1 = 8 r_2^2 h / d_v^2 \quad (83)$$

Für den Kugelabschnitt gilt

$$r_2 = d_v^2 / (8 h) + h/2 \quad (84)$$

Aus (82), (83) und (84) ergibt sich (85) und (86):

$$r_e = r_0 - h/2 - 2 h^3 / d_v^2 \quad (85)$$



a) Versetzungswaben

b) Ausschnitt einer Wabe vor und nach Auflegen der Versetzungen

Abb. 103: Vereinfachte Anordnung des hexagonalen Versetzungsnetzwerks

$$\begin{aligned} U_1(h) &= U_1 \cdot r_0 / r_0 = \\ &= U_1 \cdot (r_0 - h/2 - 2h^3/d_v^2) / r_0 \end{aligned} \quad (86)$$

Wegen der obigen Bedingung $h_1 \gg a$ sind a und der Durchmesser der Schnittfläche des Kugelsegments nahezu gleich. Für die Oberflächenvergrößerung F_1/F_0 durch die Rinnenbildung folgt dann

$$F_1/F_0 = 1 + h^2/d_v^2 \quad (87)$$

Die gesamte Grenzflächenenergie U_i pro Einheitslänge ändert sich mit der Höhe h des Kugelabschnitts

$$U_i(h) = \gamma_i \cdot 2 \cdot r_0 \cdot \pi \cdot (1 + h^2/d_v^2) \quad (88)$$

Die gesamte Energie U ist

$$U = U_1(h) + U_i(h) \quad (89)$$

Im Gleichgewicht gilt

$$dU/dh = 0 \quad (90)$$

Daraus folgt

$$\begin{aligned} \gamma_i &= Gb^2 d_v \ln(R_v/(\alpha \cdot b)) \cdot (0,5 + 6 h^2/d_v^2) / \\ &\quad [4 r_0 \cdot \pi \cdot h(1 - \nu)] \end{aligned} \quad (91)$$

Die Größen r_0 und h wurden aus TEM-Aufnahmen ähnlich Abb. 50 zu $r_0 = 2,5 \cdot 10^{-7}$ m und $h = 3 \cdot 10^{-8}$ m bestimmt. Mit $R_v = 5 \cdot 10^{-7}$ m und $d_v = 1,1 \cdot 10^{-7}$ m erhält man $\gamma_i = 0,042$ J/m². Dieses Ergebnis liegt nahe dem Wert $\gamma_i = 0,03$ J/m² von Ardell und Nicholson /36/.

Bei der Auswertung ist zu beachten, daß der Abstand der Versetzungsrinnen im Gefügebild der Wabengröße $d_v = 1,1 \cdot 10^{-7}$ m entspricht. Bei kleineren Abständen würde h u.U. unterschätzt werden.

8.2 Elastische Konstanten

Die elastischen Konstanten E , G und ν wurden für IN 100 an 2 Proben (Porosität ca. 0,6 %) mit der Resonanzmethode bestimmt (Schmidt /106/). Abb. 104 enthält die Ergebnisse von RT bis 1000 °C, Tab. 8 die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Werte. Der maximale experimentelle Fehler war + 0,3 %, die Streuung lag wegen der Gußporosität zwischen + 0,1 % und + 1 %.

Für Berechnungen zu Anordnung und Stabilität von Teilchen der γ -Phase sind die elastischen Konstanten von γ und γ' -Matrix (Einkristalle und Polykristalle) erforderlich. Die Literaturdaten sind lückenhaft.

Nach Wells /107/ gilt für die elastischen Konstanten von Reinnickel-Einkristallen bei RT:

$$\begin{aligned} C_{11} &= 250,5 & \text{GN/m}^2 \\ C_{12} &= 160,5 & \text{GN/m}^2 \\ C_{44} &= 118,5 & \text{GN/m}^2 \\ \text{Anisotropiefaktor } A &= 2,63 \end{aligned}$$

Die Temperaturabhängigkeit dieser Konstanten ist nicht bekannt.

Die elastischen Konstanten der γ -Matrix in IN 100 sollten den Konstanten von Nimonic 91 entsprechen. Nimonic 91 hat einen ähnlichen hohen Anteil von Chrom (28 Gew. %) und Kobalt (19 Gew. %) wie die γ -Matrix (s. Tab. 4) und einen Volumenanteil an γ' -Phase von weniger als 20 %. Die Werte für Nimonic 91 (z.B. $E = 149 \text{ GN/m}^2$ bei 900°C) unterscheiden sich nur unwesentlich von denen für IN 100.

Tabelle 8: Elastische Konstanten bei den Versuchstemperaturen

T in °C	800	850	900	950
E in GN/m ²	157	154	149	141
G in GN/m ²	61,3	59,6	58,0	54,0
ν	0,281	0,292	0,284	0,306

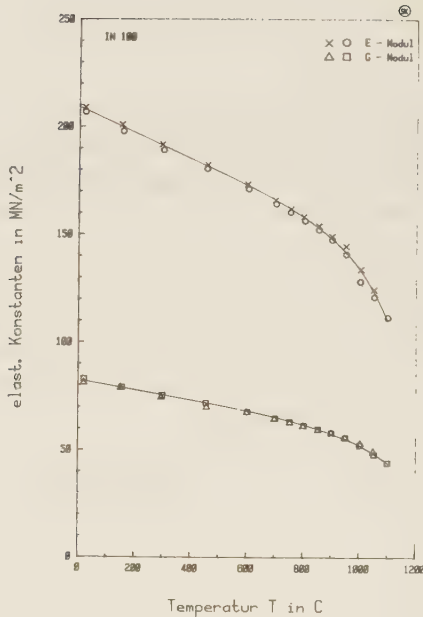


Abb. 104: Elastische Konstanten E und G über der Temperatur

Der E-Modul für polykristallines Ni_3Al wurde von Davies und Stoloff /108/ im Bereich von RT bis 470 °C bestimmt. Diese Ergebnisse liegen 15 % unter den entsprechenden Werten für IN 100 und deuten darauf hin, daß die elastischen Konstanten der γ' -Phase generell kleiner sind als bei der γ -Matrix.

Ono und Stern /109/ führten Messungen an Ni_3Al -Einkristallen zwischen 83 K und 600 K durch. Der Anisotropiefaktor nahm mit der Temperatur von $A = 3,24$ auf $A = 3,38$ zu. Die elastischen Konstanten lagen bei RT unterhalb der Werte von Reinnickel (s.oben):

$$C_{11} = 198 \text{ GN/m}^2$$

$$C_{12} = 126,6 \text{ GN/m}^2$$

$$C_{44} = 117,9 \text{ GN/m}^2$$

9. Nomenklatur

A	:	Anisotropiefaktor
A_i	:	Vorfaktoren der Kriechgleichungen
a	:	Rißlänge
a_0	:	Gitterkonstante
B	:	Probenbreite
B_i	:	Konstanten
b	:	Burgersvektor
b_i	:	Polynomkoeffizienten
C	:	Nachgiebigkeit, Larson-Miller-Konstante
C^*	:	Bruchmechanikparameter
C_{ij}	:	Tensor der elastischen Konstanten
c	:	Abstand (Gleitbänder, Poren)
c_v	:	Versetzungspaarabstand
D	:	Koeffizient der Volumendiffusion
D_{950}	:	Volumendiffusion bei 950 °C
D_K	:	Schädigungsparameter
d	:	Teilchengröße
d_{max}	:	maximale Versetzungssehnenslänge
d_v	:	Breite der Versetzungswaben
E	:	E-Modul
F	:	Kraft
F_0, F_1	:	Flächen
F_v	:	Parameter der Porenkeimbildung
f_v	:	Volumenanteil
G	:	Schubmodul
h	:	Geometriegröße
h_1, h_2	:	tabellierte Funktionen nach /87/
K	:	Spannungsintensitätsfaktor
k	:	Boltzmannkonstante
k_i	:	Konstanten

L	:	Loschmidt-Zahl
l	:	Geometriegröße
l_k	:	Korngröße
m	:	Exponent
n	:	Spannungsexponent, Versetzungsanzahl, Normalenkomponenten
n_j	:	Normalenkomponenten
P	:	Last
P_0	:	Grenzlast
Q	:	Aktivierungsenthalpie
R	:	Gaskonstante
R_v	:	Abschneideradius
r	:	Porenradius
$\dot{r}$	:	Porenwachstumsrate
r_c	:	kritischer Zeilchen
r_e	:	effektiver Teilchenradius
r_0	:	Porenkeimradius
r_1, r_2	:	geometrische Größen
s	:	Rißaufweitung
$\dot{s}$	:	Rißaufweitungsgeschwindigkeit
s_0	:	Rißaufweitung nach ASTM 561
T	:	absolute Temperatur
T_m	:	Schmelztemperatur
t	:	Zeit
U	:	Energie, elektrische Spannung
U_l	:	Linienenergie
U_v	:	elastische Verzerrungsenergie
U_0	:	Anfangsspannung
u	:	Rißaufweitung an Lastangriffspunkten
$\dot{u}$	:	Rißaufweitungsrates an Lastangriffspunkten
u_l	:	Verschiebungsvektor
V	:	Aktivierungsvolumen
$\dot{V}$	:	Volumenwachstumsrate
w	:	Probenlänge
Y	:	Korrekturfunktion

a	:	Radius des Versetzungskerns
b	:	Konstante aus Larson-Miller-Ansatz
Γ	:	Integrationsweg
γ_{APG}	:	Antiphasengrenzenergie
γ_i	:	Grenzflächenenergie
γ_s	:	Oberflächenenergie
δ	:	Gitterfehlpassung
ϵ	:	Dehnung
$\dot{\epsilon}$	:	Kriechrate
$\dot{\epsilon}_{ij}$	:	Tensor der Kriechrate
ϵ_B	:	Bruchdehnung
ϵ_c	:	kritische Dehnung
ϵ_i	:	Anfangsdehnung
ϵ_{min}	:	Dehnung bei Erreichen von $\dot{\epsilon}_{min}$
$\dot{\epsilon}_{min}$	:	minimale Kriechrate
$\dot{\epsilon}_p$	:	lokale Kriechrate an Poren
$\dot{\epsilon}_s$	:	stationäre oder sekundäre Kriechrate
ϵ_t	:	Konstante aus Garofalo-Ansatz
n	:	Geometriefunktion
θ	:	Gleichgewichtswinkel
θ_{SD}	:	Sherby-Dorn-Parameter
λ	:	Konstante
ν	:	Querkontraktionszahl
ρ	:	Porendichte, Versetzungsdichte
σ	:	Normalspannung
σ_{ij}	:	Spannungstensor
σ_{net}	:	Nettospannung
σ_o	:	innere Spannung
σ_{eff}	:	effektive Spannung
σ^*	:	Strukturparameter nach Hart /100/
$\sigma_{1\%}$	:	1%-Streckgrenze
τ	:	Schubspannung

10. Literatur

- / 1/ W. Elsner: Maschinenschaden 55 (1982) 2, 111-117
- / 2/ R.W. Fawley in C.H. Sims, W.C. Hagel:
The Superalloys; New York 1972
- / 3/ B.H. Kear in H. Warlimont: Order-Disorder
Transformations in Alloys; Berlin 1974
- / 4/ Aerospace Structural Metals Handbook 5; Columbus, Ohio (1978)
- / 5/ J.P. Dennison, P.D. Holmes, B. Wilshire:
Mat. Sc. Eng. 33 (1978) 35-47
- / 6/ S.T. Wlodek: Trans. ASM 57 (1964) 110-119
- / 7/ V.A. Philips: Metallography 5 (1972) 69-89
- / 8/ E.W. Ross: J. Metals (1967) 12, 12-14
- / 9/ G.E. Wasielewski: AFML-TR-67-30 (1967)
- / 10/ W. Betz in D. Coutsouradis: High Temperature Alloys
for Gas Turbines; Liege (1978)
- / 11/ R.C. Donath, T. Nicholas, L.S. Fu: ASTM STP 743
(1981), 186-206
- / 12/ V. Lupinc, T.B. Gibbons in D. Coutsouradis:
High Temperature Alloys for Gas Turbines;
Liege (1978)
- / 13/ C. Carry, J.L. Strudel: Acta Met. 25 (1977)
767 - 777
Acta Met. 26 (1978) 859 - 870
- / 14/ H.R. Tipler: Bericht COST 50; Teddington 1979
- / 15/ D.D. Pearson, B.H. Kear, F.D. Lemkey in B. Wilshire,
D.R.J. Owen: Creep and Fracture of Engineering
Materials and Structures; Swansea 1981
- / 16/ G.R. Leverant, B.H. Kear: Met. Trans. 1 (1970)
491 - 498
- / 17/ J.K. Tien, S.M. Copley: Met. Trans. 2 (1971)
543 - 553
- / 18/ P. Schepp: Dissertation; Erlangen 1983

- /19/ R.P. Wei, R.L. Brazill in C.J. Beevers, u.a.:
The Measurement of Crack Length and Shape during
Fracture and Fatigue; London 1980
- /20/ B.L. Freeman, G.J. Neate in C.J. Beevers, u.a.: The
Measurement of Crack Length and Shape during Fracture
and Fatigue; London 1980
- /21/ L. Rauh: Diplomarbeit, Erlangen 1984
- /22/ O.H. Kriege: ASTM STP 557, Philadelphia, 1973
- /23/ W.J. Evans, B. Wilshire: Trans. AIME 242 (1968)
1303 - 1307
- /24/ B. Ilschner: Hochtemperatur-Plastizität;
Erlangen 1973
- /25/ R.A. Stevens, P.E.J. Flewitt: Acta Met. 29
(1981) 867 - 882
- /26/ E. Bullock, K. Schuster, E. Lang in R. Brunetaud, u.a.
High Temperature Alloys for Gas Turbines; Liege (1982)
- /27/ J.H. Gittus: Acta Met. 22 (1974) 789 - 791
- /28/ R. Lagneborg: Met. Sc. J. 6 (1972) 127 - 133
- /29/ J. Askill: Tracer Diffusion Data for Metals, Alloys,
and Simple Oxides; New York 1970
- /30/ Datenblatt H. Wiggin/England
- /31/ Datenblatt Rolls-Royce/England
- /32/ INCO Databook: Nickel Base Alloys (1977)
- /33/ S.M. Copley, B.H. Kear: Trans. AIME 239
(1967) 984 - 992
- /34/ F.C. Monkman, N.J. Grant: Proc. ASTM 56
(1956) 593
- /35/ Y.W. Lee, H.J. Aaronson: Acta Met. 28
(1980) 539 - 548
- /36/ A.J. Ardell, R.B. Nicholson, J.D. Eshelby:
Acta Met. 14 (1966) 1295 - 1309
- /37/ B.E.P. Beeston, J.L. Dillamore, R.E. Smallman:
Met. Sc. J. 2 (1968) 12
- /38/ R.F. Decker, C.T. Sims in C.T. Sims, W.C. Hagel:
The Superalloys; New York 1972
- /39/ F. Schubert: Dissertation; Aachen 1974

- /40/ P. Matteazzi, G. Principi, E. Ramons:
Z.f. Metallkunde 72 (1981) 543 - 545
- /41/ J.K. Lee, D.M. Barnett, H.J. Aaronson:
Met. Trans 8 A (1977) 963 - 970
- /42/ J.J.D. Eshelby: Proc.R. Soc. 241 A (1957) 376
- /43/ A. Pineau: Acta Met. 24 (1976) 559 - 564
- /44/ T. Mori, P.C. Cheng, M. Kato, T. Mura:
Acta Met. 26 (1978) 1435 - 1441
- /45/ A. Lasalmonie, J.L. Strudel: Phil.Mag. 32
(1975) 937 - 949
- /46/ L.M. Brown, G.R. Woolhouse: Phil. Mag, A 21
(1970) 329 - 345
- /47/ H. Brooks: Metal Interfaces; ASM (1952)
- /48/ W.T. Loomis, J.W. Freeman, D.L. Sponseller:
Met. Trans 3 (1972) 989 - 1000
- /49/ F.R. Beckitt, B.R. Clark: Acta Met. 15 (1967) 113 - 129
- /50/ F. Seitz: Phys. Rev. 79 (1950) 723 - 724
- /51/ E.S. Machlin, J. Shao: Met. Trans. 9 A
(1978), 561 - 568
- /52/ H.E. Collins: Trans. ASM 62 (1969) 82 - 104
- /53/ E. Orowan: Tagung "Internal Stresses in Metals
and Alloys", Inst. of Metals, London (1948)
- /54/ S. Pfeiffer: Diplomarbeit, Erlangen (1980)
- /55/ F.R.N. Nabarro: Theory of Crystal Dislocations;
Oxford 1967
- /56/ P.A. Flinn: Trans. AIME 218 (1960) 145 - 154
- /57/ G.F. Hancock: Phys. Stat. Sol. 7 (a) (1971)
535 - 540
- /58/ C.L. Corey, B. Lisowsky: Trans. AIME 239 (1967)
239 - 243
- /59/ G.R. Leverant, M. Gell, S.W. Hopkins:
Proc. 2nd Int. Conf. Strength Metallic Alloys 3
(1970)
- /60/ G.R. Leverant, B.H. Kear, J.M. Oblak:
Met. Trans. 2 (1971) 2305 - 2306

- /61/ W. Blum, H. Münch, P.D. Portella:
2nd Int. Conf. on Creep and Fracture of
Engineering Materials and Structures;
Swansea (1984)
- /62/ T.G. Langdon, R.B. Vastava: ASTM STP 765 (1982)
- /63/ W. Beere in J.H. Gittus: Cavities and Cracks in
Creep and Fatigue; London 1981
- /64/ F.R.N. Nabarro: Conf. on Strength of Solids;
Phys. Soc. London (1948)
- /65/ C. Herring: J. Appl. Phys. 21 (1950) 437 - 445
- /66/ R.L. Coble: J. Appl. Phys. 34 (1963) 1679 - 1682
- /67/ C.A.P. Horton: Acta Met. 20 (1972) 477 - 484
- /68/ F.L. VerSnyder in R. Brunetaud, u.a.:
High Temperature Alloys for Gas Turbines; Liege (1982)
- /69/ M. McLean, P.N. Quested in B. Wilshire, D.R.J. Owen:
Creep and Fracture of Engineering Materials and
Structures; Swansea 1981
- /70/ P.J. Henderson, M. McLean: 4th Riso Int. Symposium
on Metallurgy and Materials Science; Riso (1983)
- /71/ R.v. Mises: Z. Angew. Math. Mech. 8 (1928) 161
- /72/ U.F. Kocks: Acta Met. 6 (1958) 85 - 94
- /73/ B. Reppich: Acta Met. 30 (1982) 87 - 94
- /74/ E. Smith, J.T. Barnby: Met.Sc.J. 1 (1967) 1 - 4
- /75/ R. Raj: Acta Met. 26 (1978) 995 - 1006
- /76/ J.R. Rice, D.M. Tracey: J. Mech. Phys. Solids 17
(1969) 201
- /77/ D. Hull, D.E. Rimmer: Phil. Mag. 4 (1959) 673
- /78/ B.F. Dyson in B. Wilshire, D.R.J. Owen:
Creep and Fracture of Engineering Materials and
Structures; Swansea 1981
- /79/ R.E. Jenkins: Tagung " Engineering Aspects of Creep";
Sheffield (1980)
- /80/ R.D. Nicholson, C.L. Formby: Int. J. Fracture 11
(1975) 595 - 604
- /81/ K. Sadananda, P. Shahinian: Met. Trans. 9 A (1978)
79 - 84

- /82/ J.D. Landes, J.A. Begley: ASTM STP 590
(1976) 128 - 148
- /83/ J.A. Williams, A.T. Price: J.Eng.Mat. Tech.
(1975) 214 - 222
- /84/ B.L. Freeman: Int. J. Fracture 15 (1979) 179 - 190
- /85/ M.P. Harper, E.G. Ellison: J. Strain Analysis 12
(1977) 3, 167 - 179
- /86/ G. G. Musicco: Int. J. Fracture 19(1982) R 41 - 42
- /87/ V. Kumar, C.F. Shih: Tagung "Engineering Aspects of Creep";
Sheffield (1980)
- /88/ R. Wege: Diplomarbeit; Erlangen (1980)
- /89/ J.R. Haigh: Mat.Sc.Eng 20 (1975) 213 - 223
- /90/ A. Saxena: ASTM STP 700 (1980) 131 - 151
- /91/ S. Taira, R. Ohtani, T. Kitamura: Trans. ASME 101
(1979) 154 - 161
- /92/ K. Sadananda, P. Shahinian: Met. Trans 8 A
(1977) 439 - 449
- /93/ H. Tada, P.C. Paris, G.R. Irwin: The Stress
Analysis of Cracks Handbook; Hellertown, Pa. (1973)
- /94/ B.J. Conway: Numerical Methods for Creep and
Rupture Analyses; New York (1964)
- /95/ C.N. Ahlquist, W.D. Nix:
Scripta Met. 3 (1969) 679 - 681
- /96/ J.C. Gibeling, W.D. Nix: Met.Sc.J. 11
(1977) 453 - 457
- /97/ M. McLean: Proc. R. Soc. Lond. A 371 (1980) 279
- /98/ W.B. Jones, R.W. Rohde, J.C. Swearingen:
ASTM STP 765 (1982), 102 - 118
- /99/ S. Kloucek: Diplomarbeit; Erlangen 1979
- /100/ E.W. Hart: Acta Met. 18 (1970) 599 - 610
- /101/ G.D. Johnson, J.L. Straalsund, G.L. Wise:
Mat. Sc. Eng 28 (1977) 69 - 75
- /102/ F. Odquist: Mathematical Theory of Creep
and Creep Repture; Oxford (1968)
- /103/ J.A. Oding: Creep and Stress Relaxation
in Metals; Edinburgh (1965)

- /104/ F. Garofalo: Fundamentals of Creep and Creep-
Rupture in Metals; New York (1965)
- /105/ L. Ouichou, G. Lesoult, G. Lamanthe, R. Hamar,
J.M. Theret, E. Bachelet in R. Brunetaud:
High Temperature Alloys for Gas Turbines,
Liege (1982)
- /106/ H. Schmidt: Studienarbeit; Erlangen (1980)
- /107/ C.H. Wells: Trans. ASM 60 (1967) 270 - 271
- /108/ R.G. Davies, N.S. Stoloff: Trans. AIME 233 (1965)
714 - 719
- /109/ K. Ono, R. Stern: Trans. AIME 245 (1969)
171 - 172

Mein besonderer Dank gilt

Herrn Prof. Dr. B. Ilchner für die Übertragung und
wissenschaftliche Betreuung der vorliegenden Arbeit,

Herrn Dr. U. Engel für wissenschaftliche und organisatorische
Unterstützung,

allen Mitarbeitern des Instituts und der Zentralwerkstatt, die
zum Erfolg der Arbeit beigetragen haben.

Diese Arbeit entstand im Rahmen eines Forschungsprojekts, das
vom Bundesminister für Verteidigung und der Firma MTU-München
als Geldgeber unterstützt wurde.

Lebenslauf:

Name: Franz Siegfried Kloucek

Geburtstag: 22.12.1953

Geburtsort: Roth bei Nürnberg

Familienstand: ledig

Eltern: Erich und Else Kloucek, geb. Schmidt

Bildungsweg: 1960-1965 Grundschule Roth-Pfaffenhofen
1965-1974 Gymnasium Roth
Juni 1974 Abitur
1974/75 Studium der Physik an der Universität
Erlangen-Nürnberg
1975-1979 Studium der Fachrichtung Werkstoff-
wissenschaften an der Universität
Erlangen-Nürnberg
Juli 1978 mündliche Hauptdiplomprüfung
1978/79 Diplomarbeit

Berufsweg: 1979-1983 wissenschaftlicher Mitarbeiter am
Institut für Werkstoffwissenschaften I
(Lehrstuhl Prof. Dr. B. Ilchner)
seit Jan. Mitarbeiter am BBC-Forschungszentrum
1984 Baden-Dättwil

